Heyn und Bauer, Metallographie I

432

Sammlung Göschen

Metallographie

Von

Prof. E. Heyn u. Prof. O. Bauer

I

Allgemeiner Teil

Mit 45 Abbildungen im Text
und 5 Lichtbildern auf 3 Tafeln

Capitaine Bourguignon

Sammlung Göschen

Unser heutiges Wissen
in kurzen, klaren,
allgemeinverständlichen
Einzeldarstellungen

Jeder Band gebunden **1 Mark**

G. J. Göschen'sche Verlagshandlung
G. m. b. H. Berlin W 10 und Leipzig

Zweck und Ziel der „Sammlung Göschen" ist, in Einzeldarstellungen eine klare, leichtverständliche und übersichtliche Einführung in sämtliche Gebiete der Wissenschaft und Technik zu geben; in engem Rahmen, auf streng wissenschaftlicher Grundlage und unter Berücksichtigung des neuesten Standes der Forschung bearbeitet, soll jedes Bändchen zuverlässige Belehrung bieten. Jedes einzelne Gebiet ist in sich geschlossen dargestellt, aber dennoch stehen alle Bändchen in innerem Zusammenhange miteinander, so daß das Ganze, wenn es vollendet vorliegt, eine einheitliche, systematische Darstellung unseres gesamten Wissens bilden dürfte.

Ausführliche Verzeichnisse der bisher erschienenen Nummern umsonst und postfrei

Sammlung Göschen

Metallographie

Kurze, gemeinfaßliche Darstellung der Lehre von den Metallen und ihren Legierungen, unter besonderer Berücksichtigung der Metallmikroskopie

Von

Prof. E. Heyn u. Prof. O. Bauer

am Königl. Materialprüfungsamt (Groß-Lichterfelde)
der Kgl. Technischen Hochschule zu Berlin

I

Allgemeiner Teil

Mit 45 Abbildungen im Text
und 5 Lichtbildern auf 3 Tafeln

Neudruck

Berlin und Leipzig
G. J. Göschen'sche Verlagshandlung G. m. b. H.
1913

Alle Rechte, namentlich das Übersetzungsrecht,
von der Verlagshandlung vorbehalten.

Druck
der Spamerschen
Buchdruckerei in Leipzig

Inhaltsverzeichnis.

Seite

Begriff, Zweck und Ziele der **Metallographie** 5
Kurzer geschichtlicher Überblick 6
Technik der Metallographie.
Probenentnahme und Vorbereitung der Probestücke für das Schleifen und Polieren 8
Das Schleifen und Polieren 10
Schleifverfahren 10
Das Polieren 13
Nachbehandlung der Schliffe 14
Das Reliefpolieren 15
Das Ätzpolieren 17
Das Anlassen 17
Das Ätzen 20
Ätzen mit Kupferammoniumchlorid 21
Ätzen mit alkoholischer Salzsäure 22
Ätzen mit alkoholischer Salpetersäure 23
Ätzen unter Zuhilfenahme des elektrischen Stromes . . . 23
Ätzen mit Salpetersäure 25
Ätzen mit ammoniakalischem Kupferammoniumchlorid . . 25
Feststellung der Ritzhärte 26
Untersuchung der Schliffe.
Allgemeiner Gang der Untersuchung 28
Mikroskopische Untersuchung 28
Beleuchtung durch schräg einfallendes Tageslicht 29
Beleuchtung durch ein Planparallelglas 31
Beleuchtung durch ein total reflektierendes Prisma . . . 32
Künstliches Licht 33
Das Mikroskopstativ nach Martens 34
Objektive und Okulare 38
Binokulares Mikroskop für stereoskopisches Sehen 41
Das Photographieren des mikroskopischen Bildes.
Platten 42
Belichtungszeit 42
Entwicklung der Bilder 42
Eikonogen-Hydrochinon-Entwickler 43
Glycin-Entwickler 43
Das Fixierbad 44
Herstellung der Positive 44
Die Dunkelkammer 45
Apparate zur Temperaturbestimmung 48
Quecksilber-Thermometer 48
Thermoelemente 50
Schmelztemperatur und Erstarrungstemperatur 55
Verfahren zur Bestimmung der Erstarrungstemperatur . . 58
Selbstregistrierendes Galvanometer und Chronograph 63
Haltepunktsbestimmung 66
Versuchsausführung bei Haltepunktsbestimmungen 70

Seite

Ofen für metallographische Zwecke 72
Nickelspiralofen 72
Gasschmelzofen 72
Gastiegelofen 73
Elektrischer Röhrenofen von Heraeus 74
Gasgebläseöfen 74
Kohlenrohrofen 74
Elektrischer Widerstandsofen 76
Tiegel 77

Literatur [1].

A. Martens und E. Heyn: Über die Mikrophotographie im auffallenden Licht und über die mikrophotographischen Einrichtungen der Königlichen mechanisch-technischen Versuchsanstalt in Charlottenburg. Mitteilungen aus den Königlichen technischen Versuchsanstalten 1899, S. 73.

E. Heyn: Einiges über das Kleingefüge des Eisens. Stahl und Eisen 1899, Heft 15, S. 709, Heft 16, S. 768.

Stead, Practical Metallography. Proceedings of the Cleveland Institution of Engineers, Februar 1900. The Metallographist III, S. 220.

E. Heyn: Überblick über den gegenwärtigen Stand der Metallographie. Z. d. V. deutscher Ingenieure 1900, Heft 5, S. 137; Heft 6, S. 175.

F. Osmond, Methode générale pour l'analyse micrographique des aciers au carbone. Contribution à l'étude des alliages. Paris 1901, Chamerot et Renouard. Deutsch von L. Heurich. Knapp, Halle.

O. Bauer: Die Metallographie, Baumaterialienkunde 1904, Nr. 1—2.

E. Heyn: Kupfer und Sauerstoff. Z. f. anorg. Chemie. 1904, Bd. 39.

E. Heyn: 1. Bericht über die mikroskopische Untersuchung der vom Sonderausschuß für Eisenlegierungen des Vereins zur Beförderung des Gewerbefleißes hergestellten Legierungen. Verhandlungen des Vereins zur Beförderung des Gewerbefleißes 1904.

H. Le Chatelier: Sur la technique de la métallographie microscopique. Revue de métallurgie, 1905, Juli.

E. Heyn: Bericht über Ätzverfahren zur makroskopischen Gefügeuntersuchung des schmiedbaren Eisens und über die damit zu erzielenden Ergebnisse. Mitteilungen aus dem Königlichen Materialprüfungsamt 1906, Heft 5, S. 253.

Dr. Josef Maria Eder: Rezepte und Tabellen für Photographie und Reproduktionstechnik. Verlag von Wilhelm Knapp, Halle.

R. Ruer: Metallographie in elementarer Darstellung 1907. Hamburg und Leipzig, Leopold Voß.

[1] In der Literaturübersicht sind nur diejenigen Arbeiten und Werke angeführt, auf die bei Bearbeitung des ersten Bandes Bezug genommen ist.

Lichtbilder.

Die auf den Tafeln I bis III wiedergegebenen Lichtbilder entstammen der Sammlung des Königl. Materialprüfungsamtes Groß-Lichterfelde-West.

Begriff, Zweck und Ziele der Metallographie.

Metallographie[1]) ist der Gesamtname für die ganze große Lehre von den Metallen und ihren Legierungen.

Wie sich aber nach dem heutigen Stande der chemischen Erkenntnis eine strenge Scheidung zwischen Metallen und Nichtmetallen nicht mehr durchführen läßt, so hat auch die Metallographie in den Bereich ihrer Forschung Körper und Stoffe einbegriffen, die ausgesprochen nicht metallische Eigenschaften haben, die aber trotzdem mit Metallen, sei es unter chemischer Umsetzung, sei es ohne eine solche, Legierungen oder Lösungen zu bilden vermögen. Es mag nur an Eisen und Phosphor oder Schwefel, Kupfer und Sauerstoff u. a. erinnert werden.

Wir können die Aufgaben der Metallographie kurz wie folgt zusammenfassen:

1. Beschreibende Feststellung der einzelnen Gefügebildner der Legierungen; Ermittelung ihrer chemischen und physikalischen Eigenschaften, sowie ihrer Anordnungsweise.

2. Ermittelung der Veränderungen in der Art und Anordnung der Gefügebildner, welche durch verschiedene Behandlung des Metalls oder der Legierung (Erwärmen, Abschrecken, Formveränderungen, Oxydation, Kohlung, Gasaufnahme, chemischer Angriff usw.) hervorgerufen werden.

[1]) Aus dem Griechischen, „Metallbeschreibung".

3. Ermittelung der Änderungen der Eigenschaften der Legierung, die durch die unter 2. genannten Veränderungen im Gefüge bedingt sind.

Bei der Lösung all dieser Aufgaben hat die mikroskopische Untersuchung (Metallmikroskopie) die wertvollsten Dienste geleistet. Von grundlegender Bedeutung war ferner die Übertragung der Gesetze der Salzlösungen auf die Legierungen oder Lösungen der Metalle ineinander.

Selbstverständlich werden auch alle anderen Untersuchungsverfahren physikalischer und chemischer Art in den Dienst der Metallographie gestellt.

Kurzer geschichtlicher Überblick.

Die ersten Anfänge der mikroskopischen Untersuchung der Metalle gehen auf den Engländer H. Cl. Sorby (1863) zurück. Seine ersten Arbeiten vermochten jedoch das allgemeine Interesse für diese neue Untersuchungsmethode nicht zu wecken.

Erst als A. Martens, der Leiter des Königl. Materialprüfungsamtes in Groß-Lichterfelde, ohne Kenntnis der Arbeiten Sorbys, 1878 mit seinen ersten Mitteilungen auf diesem Gebiet an die Öffentlichkeit trat, wurde das allgemeine Interesse angeregt, und eine große Zahl hervorragender Gelehrter des In- und Auslandes wandte sich diesem neuen Forschungsgebiet zu. Martens' Arbeiten sind namentlich in bezug auf die technische Ausbildung metallographischer Arbeitsverfahren bahnbrechend.

Weiteren Ausbau verdankt die Metallographie den Arbeiten Floris Osmonds aus Paris. Seine klassische Arbeit „Methode générale pour l'analyse micrographique des aciers au carbone" ist für die Theorie der Eisenkohlenstofflegierungen grundlegend [1]). Dem Altmeister der deutschen Eisenhüttenkunde, A. Ledebur, gebührt der Ruhm, als einer der ersten darauf hingewiesen zu haben, daß die Legierungen als Lösungen der Metalle ineinander aufzufassen seien.

Durch Osmond und Roberts-Austen ist dieser Gedanke weiter verfolgt worden. Sie haben die Gesetze der Salzlösungen auf die Metallösungen (Legierungen) übertragen und sind dabei zu außerordentlich fruchtbaren Ergebnissen gelangt. Die Arbeiten Bakhuis Roozebooms bringen auf Grund theoretischer Betrachtungen weiteren Ausbau der Lehre von den Lösungen und damit auch einen gewaltigen Fortschritt in der Erkenntnis der Legierungen.

Das Le Chateliersche Pyrometer wurde bei allen metallographischen Forschungen ein Rüstzeug von höchster Bedeutung.

Männer wie Charpy, Heycock und Neville, Stead, Arnold, Howe, Sauveur und viele andere arbeiteten rastlos an der Entwicklung der jungen metallographischen Wissenschaft [2]).

Mit dem stetigen Wachsen dieser Wissenschaft wuchs gleichzeitig das Interesse und auch das Verständnis weiterer Kreise für die praktische Bedeutung der neuen Untersuchungsverfahren, die heute im Dienste des Materialprüfungswesens unschätzbare Dienste leisten.

Heute wird auf den meisten technischen Lehranstalten „Metallographie" als Lehrfach gelesen und die größeren Werke der Eisen- und Metallindustrie besitzen bereits eigene metallographische Laboratorien.

[1]) Die Arbeit ist im Verlag von W. Knapp, Halle a. Saale, in deutscher Übersetzung erschienen.

[2]) Ausführlichere geschichtliche Angaben siehe O. Bauer, „Die Metallographie", Baumaterialienkunde 1904, Nr. 1—2.

Technik der Metallographie.

Probenentnahme und Vorbereitung der Probestücke für das Schleifen und Polieren.

Wie bei der chemischen Analyse ist es auch für die metallographische Untersuchung von größter Wichtigkeit, daß die Probeentnahme richtig erfolgt.

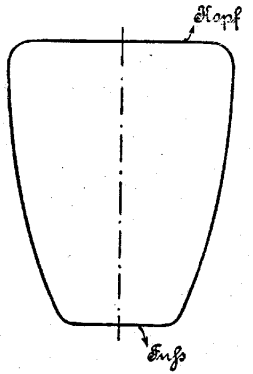


Fig. 1.

Sie muß sich in allen Fällen nach der Art des zu untersuchenden Gegenstandes richten. Kleine geschmolzene Blöckchen schneidet man in der Längsrichtung durch (s. Fig. 1). Man erhält so eine Schnittfläche, die das Gefüge

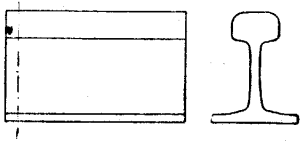


Fig. 2.

am oberen Teil (Kopf) und am unteren Teil (Fuß) einschließt.

Bei der Untersuchung von Profileisen, Schienabschnitten auf Seigerungserscheinungen usw. wird zweckmäßig eine etwa 10—15 mm dicke Scheibe mit der Kaltsäge quer zur Längsrichtung abgeschnitten (Fig. 2). Das Herausschneiden eines kleinen Stückes etwa vom Kopf oder Fuß der Schiene oder des Profileisens hat in den meisten Fällen wenig Wert, da das Gefüge nicht überall gleichmäßig zu sein braucht.

Bei der Feststellung der Ursache von Brüchen wird man außer dem Querschnitt noch einen Schnitt senkrecht zur Bruchfläche legen, um das in unmittelbarer Nähe des Bruches auftretende Gefüge mit Stellen, die vom Bruch entfernt liegen, zu vergleichen.

Um die nachfolgenden Arbeiten des Schleifens und Polierens nicht unnötigerweise zu erschweren, ist darauf zu achten, daß die Versuchsstücke nicht zu schwer werden.

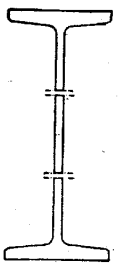


Fig. 3.

Bei größeren Profilen hilft man sich in der Weise, daß man den Abschnitt in mehrere kleinere Teile zerlegt (s. Fig. 3).

Handelt es sich andererseits wieder um Querschnitte ganz feiner Profile, z. B. von Drähten, Laubsägen usw., so schmilzt man den Draht usw. in eine leichtflüssige Legierung ein, wie Fig. 4 veranschaulicht. Von der Schmelze können nach dem Festwerden an beliebigen Stellen Scheiben abgeschnitten werden, die zugleich den Drahtquerschnitt enthalten.

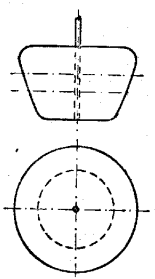


Fig. 4.

Läßt sich das zu untersuchende Material nicht schneiden und hobeln (z. B. Weißeisen, gehärteter Stahl), so schlägt man mit dem Hammer ein Stück ab und schleift auf einer langsam rotierenden groben Schmirgelscheibe eine Fläche roh an. Erwärmung der Probe ist zu vermeiden, da sonst in bestimmten Fällen (z. B. gehärteter Stahl) Gefügeänderungen eintreten.

In vielen Fällen kann man bei Stoffen, die sich nicht mehr sägen und hobeln lassen, ebene Schnittflächen auf

folgende Weise erzeugen. In einer mechanischen Bogensäge wird ein altes abgenutztes Sägenblatt eingespannt. An die Berührungsstelle zwischen Säge und Werkstück wird beständig ein Brei von Wasser und Schmirgelpulver gebracht. Auf diese Weise gelingt es, selbst glasharten Werkzeugstahl zu schneiden.

Bei allen vorgenannten und auch später erwähnten Arbeiten ist bei weichen Materialien streng darauf zu achten, daß durch Stoß oder Druck keine bleibenden Formveränderungen eintreten, weil dadurch das Gefüge verändert wird.

Muß Einspannen im Schraubstock erfolgen, so sind zwischen die Schraubstockbacken und das Werkstück Zwischenlagen (z. B. Blei, Kupfer, Holz oder Gummi) einzuschalten, die weicher sind als das zu bearbeitende Metall.

Das Schleifen und Polieren.

Die abgeschnittenen Scheiben, Streifen usw. werden auf der Hobelbank mit leichtem Schlichtschnitt überhobelt, bei kleineren Stücken auch wohl mit der Schlichtfeile glatt gefeilt. Alsdann werden sie geschliffen und poliert.

Schleifverfahren.

Im Laufe der Zeit hat sich eine ganze Reihe verschiedener Schleifverfahren herausgebildet [1]).

Hier soll nur das im Königlichen Materialprüfungsamt zu Groß-Lichterfelde ausgearbeitete Verfahren nach A. Martens und E. Heyn beschrieben werden, dessen Vorteil darin liegt, daß es sich für alle vorkommenden

[1]) Literaturangaben über Schleifen und Polieren findet der Leser auf S. 4.

Metalle und Legierungen eignet, gleichgültig, ob Blei oder gehärteter Werkzeugstahl vorliegt.

Das Schleifen erfolgt mittels hölzerner Scheiben, die mit Schmirgelpapier verschiedener Korngröße beklebt sind. Um ein Verziehen zu verhindern, sind die Scheiben aus verschiedenen Holzlagen zusammengeleimt.

Als Schleifbank kann eine gewöhnliche Mechaniker-Drehbank dienen.

Die Schleifscheiben werden auf den Spindelkopf der Drehbank aufgeschraubt (s. Fig. 5). Der Durchmesser der

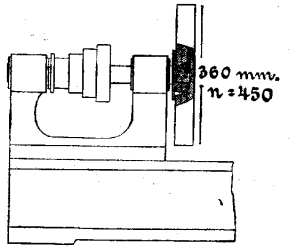


Fig. 5.

Scheiben beträgt 360 mm, die Umdrehungszahl rund 400—450 Umdrehungen in der Minute.

Da mit verschiedenen Sorten Schmirgelpapier geschliffen werden muß, so hält man eine ganze Reihe von Scheiben vorrätig. Das Schmirgelpapier wird mit gutem, reinem Tischlerleim aufgeklebt. Ist das Papier abgenutzt, so wird die mit Schmirgelpapier beklebte Fläche mit dem Plandrehstahl auf der Drehbank selbst abgedreht. Auf die so vorbereitete Holzfläche wird ein frisches Blatt Schmirgelpapier aufgeklebt.

Sehr gut hat sich Schmirgelpapier Marke „Hubert" bewährt [1]).

[1]) Bezugsquelle in Berlin: Hintzpeter & Lohbeck, Neanderstr. 4.

Die üblichen Körnungen sind:

3	gröbste Körnung
2	↓
1 G	↓
1 M	Korn abnehmend
1 F	↓
0	↓
00	feinste Körnung

Das Schleifen geschieht derart, daß das Probestück mit der zu schleifenden Fläche unter möglichst geringem Druck an die rotierende Schleifscheibe angehalten wird. Je weicher das zu schleifende Material ist, um so sorgfältiger muß starker Druck vermieden werden, weil sonst einzelne Schmirgelkörnchen aus der Scheibe herausgerissen werden, sich in die Schlifffläche eindrücken und den Schliff verderben. Unerfahrene Beobachter können durch solche fehlerhafte Schliffe leicht zu Trugschlüssen verleitet werden.

Lichtbild 1 (Tafel I) zeigt einen durch zu starkes Drücken erhaltenen fehlerhaften Schliff von reinem Kupfer[1]). Die dunklen Punkte sind Schleiffehler und haben mit dem Gefüge nichts zu tun.

Man geht beim Schleifen allmählich von den gröberen Schleifscheiben bis zur feinsten über. Vielfach ist es nicht notwendig, alle 7 Schleifscheiben nacheinander zu benutzen; es können einige übersprungen werden.

Auf den Scheiben 3 bis 0 wird trocken geschliffen. Die Scheibe 00 benetzt man zweckmäßig mit einigen Tropfen säure- und staubfreien Maschinenöls.

Zeigt der Schliff nach dem Schleifen auf der Scheibe 00 eine nahezu rißfreie Fläche, so kann mit dem eigentlichen Polieren begonnen werden.

[1]) Die lineare Vergrößerung ist 108fach.

Das Polieren.

Das Polieren geschieht auf einer mit Tuch bespannten Holzscheibe unter Zuhilfenahme von Polierrot und Wasser.

Das im Handel erhältliche Polierrot[1]) (Eisenoxyd) bedarf keiner weiteren Nachbehandlung (Schlämmen usw). Es wird auf die Tuchscheibe aufgestreut und mit einer reinen Bürste mit Hilfe von reinem Wasser darauf verrieben. Die Scheibe ist alsdann zum Polieren fertig.

Man hält den Schliff mit leichtem Andruck gegen die rotierende Tuchfläche, indem man um eine Achse senkrecht zur Tuchfläche langsam dreht. Der Schliff ist fertig, wenn er eine vollständig spiegelnde, glatte Fläche zeigt.

Unnötigerweise langes Polieren auf der Tuchscheibe ist zu vermeiden.

Das noch anhaftende Polierrot wird unter Wasser abgespült, das Wasser durch Alkohol verdrängt und der Schliff durch vorsichtiges Abtupfen mit einem weichen Handtuch (ohne zu wischen oder zu reiben) getrocknet.

Bei Materialien, die sich leicht oxydieren (Magnesium, Mangan u. a.) empfiehlt es sich, zum Polieren auf der Tuchscheibe nicht Wasser, sondern Alkohol und Polierrot zu verwenden.

Da Alkohol schnell verdunstet, muß die Scheibe häufiger befeuchtet werden.

Außer Polierrot (Eisenoxyd) lassen sich nach Le Chatelier[2]) zum Polieren mit Vorteil verwenden:

1. Aluminiumoxyd aus Ammoniakalaun,
2. Schmirgelpulver, geschlämmt,
3. Chromoxyd aus Ammoniumbichromat.

[1]) Gutes Polierrot liefert die Firma Schmidt & Co., Chem. Fabrik Brötzingen-Pforzheim.

[2]) H. Le Chatelier, Sur la technique de la métallographie microscopique, Revue de métallurgie, 1905, Juli.

Die ganze Arbeit des Schleifens und Polierens nimmt bei kleinen Probestücken etwa $^1/_2$—1 Stunde, bei größeren Schlifflächen bis zu $2^1/_2$ Stunden Zeit in Anspruch.

Um bei Legierungen mit niedrigem Schmelzpunkt die ganze Operation des Schleifens und Polierens zu umgehen, wird von einigen Forschern empfohlen, das Metall im flüssigen Zustand auf spiegelnde Glas- oder Glimmerplatten [1]) zu gießen.

Dies Verfahren ist jedoch nur in beschränktem Maße verwendbar.

Es ist dabei zu berücksichtigen, daß es nur das Gefüge des Metalls im gegossenen und rasch abgekühlten Zustand zeigt.

Für alle Untersuchungen, die den Behandlungszustand ermitteln sollen, in dem sich ein Metall befindet, ist natürlich dies Verfahren gänzlich unbrauchbar.

Nachbehandlung der Schliffe [2]).

Die polierten Schlifflächen sind nur dann ohne weiteres für die mikroskopische Beobachtung geeignet, wenn die Gefügebildner deutliche Unterschiede in der Eigenfarbe aufweisen (Kupfer-Kupferoxydul, Kupfer-Schwefelkupfer, Kupfer-Wismut u. a.).

Lichtbild 2 (Tafel I) stellt in 108facher linearer Vergrößerung einen nur polierten Schliff einer Kupfer-Wismut-Legierung mit 3% Kupfer dar. Die im Bild

[1]) H. J. Hannover, Bulletin de la Société d'Encouragement pour l'Industrie nationale. August 1900, S. 210.

[2]) Vgl. auch E. Heyn: Einiges über das Kleingefüge des Eisens. Stahl und Eisen 1899, Heft 15, S. 709; Heft 16, S. 768.
Ferner: Überblick über den gegenwärtigen Stand der Metallographie von E. Heyn. Z. d. V. deutscher Ingenieure 1900, Heft 5, S. 137; Heft 6, S. 175.

dunkel erscheinenden, in Wirklichkeit roten Kristalle sind Kupfer. Sie liegen in einer hellen (silberglänzenden) Grundmasse von Wismut.

In den meisten Fällen bedürfen die Schliffe einer der nachstehend angegebenen Nachbehandlungen, um die Gefügebestandteile voneinander unterscheiden zu können.

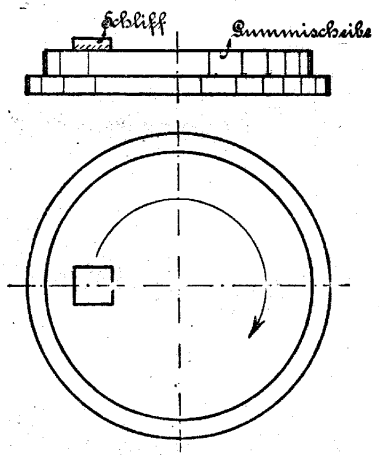


Fig. 6.

Das Reliefpolieren.

(*Eingeführt durch Sorby, vervollkommnet durch Osmond, Martens, Wedding.*)

Das Reliefpolieren bezweckt, Härteunterschiede der einzelnen Gefügebestandteile hervortreten zu lassen.

Auf einer Unterlage von weichem Gummi oder Pergament wird der polierte Schliff mit wenig Polierrot und Wasser unter sanftem Druck von Hand weiterpoliert (s. Fig. 6).

Die härteren Gefügebestandteile widerstehen der abschleifenden Wirkung besser als die weicheren.

Dadurch, daß die Unterlage elastisch ist (Gummi), wird das Polierrot in die entstehenden Vertiefungen eingeführt. Die weicheren Bestandteile schleifen sich immer mehr ab und es entsteht schließlich ein deutliches Relief.

Von Zeit zu Zeit überzeugt man sich unter dem Mikroskop von dem Fortschreiten der Arbeit. Ist deutliches Relief erkennbar, so muß aufgehört werden, da unnötig langes Polieren schließlich auch die härteren Bestandteile angreifen würde. In den meisten Fällen genügen 10 bis 20 Minuten.

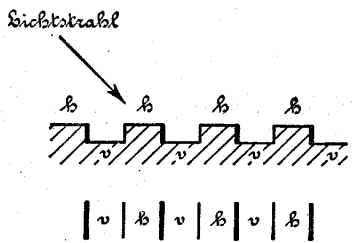


Fig. 7.

Lichtbild 3 (Tafel II) zeigt einen reliefpolierten Schliff eines getemperten weißen Roheisens in 242facher Vergrößerung. Das Licht ist von links oben einfallend zu denken.

Wie Fig. 7 erkennen läßt, zeigen die weichen vertieften Bestandteile *v* die Schattenkante auf der dem Lichtstrahl zugekehrten Seite, während bei den harten, erhabenen Bestandteilen *h* die Lichtkante dem einfallenden Lichtstrahl zugekehrt ist.

Bemerkt soll gleich hier werden, daß bei Beobachtung unter dem Mikroskop die Verhältnisse umgekehrt erscheinen, da das Mikroskop das Bild umdreht.

Das Ätzpolieren.

(*Eingeführt von Osmond.*)

Das Reliefpolieren kann beschleunigt werden, wenn zu der rein mechanischen Einwirkung des Schleifmittels noch eine chemische Wirkung hinzutritt.

Man ersetzt zu diesem Zweck das Wasser durch gleichzeitig chemisch wirkende Flüssigkeiten, wie z. B. Süßholzextrakt[1]), Ammoniumnitrat[2]) und andere. Die Art des Polierens bleibt die gleiche wie beim Reliefpolieren.

Durch das Ätzpolieren wird nicht nur der Angriff beschleunigt, sondern es werden auch bei geeigneter Wahl der Ätzflüssigkeit einzelne Bestandteile gefärbt.

Die Süßholzextraktlösung stellt man sich wie folgt her: 10 g Süßholz in Form feiner Späne werden mit 100 g Wasser übergossen. Nach 4stündigem Stehen wird die Flüssigkeit abfiltriert und in einer gut verschließbaren Glasflasche aufbewahrt. Da der Extrakt mit der Zeit fault, muß er öfters erneuert werden.

Die Ammoniumnitratlösung enthält nach Osmond: 2 g Ammoniumnitrat auf 100 ccm Wasser.

Das Anlassen.

(*Zuerst von Martens angewendet, dann von Behrens, Stead*[3]) *u. a.*)

Oft leistet auch das Anlassen gute Dienste. Beim Erwärmen einer Metallfläche an der Luft oxydieren sich

[1]) F. Osmond, Méthode générale pour l'analyse micrographique des aciers au carbone. Contribution à l'étude des alliages. Paris 1901, Chamerot et Renouard. Deutsch von L. Heurich. Knapp, Halle.

[2]) F. Osmond and G. Cartaud. New reagents for the micrographic tudy of carburised Irons. The Metallographist III, S. 1.

[3]) Stead, Practical Metallography. Proceedings of the Cleveland Institution of Engineers, Februar 1900. The Metallographist III, S. 220. Structure of phosphoretic pig Metals. Proc. Clev. Inst. of Engr., Februar 1900. The Metallographist III, S. 261.

in vielen Fällen einzelne Gefügebestandteile rascher als andere. Da mit der Oxydation die bekannten Anlauffarben auftreten, so werden die leichter oxydierbaren Gefügebestandteile eine andere Färbung annehmen wie die übrigen. Auf diese Weise gelangt man zur deutlichen Unterscheidung.

Die Anlauffarben erscheinen in folgender Reihenfolge:

Farbenordnung	Farbe im reflektierten Licht
I	schwarz
	dunkel lavendelgrau
	heller „
	sehr hell „
	bläulichweiß
	grünlichweiß
	gelblichweiß
	blaß strohgelb
	braungelb
	orange
	rot
II	purpur
	violett
	indigo
	himmelblau
	heller himmelblau
	sehr hell blaugrün
	hellgrün
	gelbgrün
	gelb
	hellorange
	rot

In den meisten Fällen genügt Anlassen bis zum Braungelb I. Ordnung. Bei einigen Legierungen (Kupfer-Phosphor und anderen Kupferlegierungen) geht man auch weiter, bis zum Purpur oder Violett II. Ordnung.

Die Versuchsausführung erfordert einige Übung. Der Schliff wird mit der polierten Seite nach oben (s. Fig. 8) auf ein dünnes Eisenblech gelegt und dieses durch einen Bunsenbrenner langsam erwärmt. Sobald die gewünschte Anlauffarbe eben aufzutreten beginnt, wird der Schliff mit der Tiegelzange von der heißen Eisenplatte abgehoben und durch Eintauchen in kaltes Wasser schnell abgekühlt. Das Eintauchen hat so zu erfolgen, daß die angelassene Schlifffläche nicht benetzt wird.

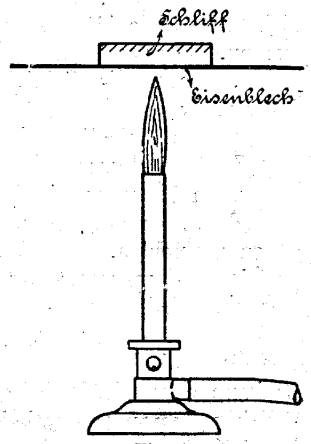


Fig 8.

Bei Metallen und Legierungen, die keine Amalgame bilden, kann an Stelle des Wassers **Quecksilber** als Abkühlungsflüssigkeit verwendet werden.

Lichtbild 4 (Tafel II) zeigt in 242facher linearer Vergrößerung einen angelassenen Schliff einer Kupfer-Zinnlegierung mit 12% Zinn.

Der kupferreiche Gefügebestandteil *K* ist im Innern dunkel angelaufen, die Dunkelfärbung verliert sich allmählich nach außen zu. Zwischen dem dunkleren Gefügebestandteil *K* zieht sich der hell erscheinende zinnreiche Bestandteil *S* hin. Bemerkt muß noch werden, daß das

Anlassen nur mit Vorsicht und Sachkenntnis anzuwenden ist, da in manchen Fällen (z. B. bei gehärtetem Stahl) durch die Erwärmung der Probe unbeabsichtigte Gefügeänderungen hervorgebracht werden können, die zu Trugschlüssen verleiten.

Das Ätzen.

In allen Fällen, in denen die beschriebenen Verfahren nicht zum Ziele führen, muß zu Ätzverfahren gegriffen werden. Gleichmäßige Ätzung ist jedoch nur zu erzielen, wenn die Schlifffläche vollkommen öl- und fettfrei ist.

Mit einem mit Alkohol getränkten Wattebausch wird die Schlifffläche kurz vor dem Ätzen vorsichtig abgewischt und durch Abtupfen mit einem reinen weichen Handtuch getrocknet. Berühren der Schlifffläche mit den Fingern ist zu vermeiden.

Die Wirkungsweise der verschiedenen Ätzmittel ist sehr verschieden.

In vielen Fällen wirken sie rein lösend, indem der eine Bestandteil rascher aufgelöst wird als der andere. Es kann dann ein Relief entstehen, wobei die weniger löslichen Bestandteile erhaben hervortreten.

Vielfach erzeugt das Ätzmittel auf den einzelnen Bestandteilen der Legierung verschiedene Färbungen.

Zuweilen werden aus dem Ätzmittel durch galvanische Wirkung auf einigen Gefügebestandteilen Metallüberzüge erzeugt, während andere Gefügebestandteile davon frei bleiben.

Ein allgemeines Rezept läßt sich hier nicht geben; das anzuwendende Ätzmittel richtet sich nach der Art des zu untersuchenden Metalles.

Aus der großen Zahl der im Laufe der Zeit empfohlenen und angewendeten Ätzmittel sollen hier nur einige genannt werden.

Ätzen mit Kupferammoniumchlorid.

(*Methode von E. Heyn* [1]).)

Das Verfahren eignet sich vorzüglich für weiches Eisen, gewöhnliche Kohlenstoffstahle im nicht gehärteten Zustand und weißes Roheisen.

Die Ätzflüssigkeit besteht aus

10 g Kupferammoniumchlorid (käuflich)

in 120 ccm Wasser.

Der zu ätzende Schliff wird mit der polierten Fläche nach oben in die Ätzflüssigkeit, die sich in einer flachen Schale befindet, rasch untergetaucht (s. Fig. 9).

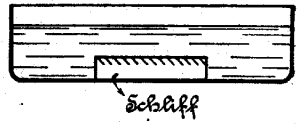


Fig. 9.

Beim Hineinbringen ist darauf zu achten, daß auf der polierten Fläche keine Luftbläschen haften bleiben, da sonst das Eisen dort vor der Ätzung geschützt wird und kleine, spiegelnde, erhabene Inseln in der geätzten Fläche stehen bleiben, die leicht zu Irrtümern führen können.

Die Einwirkungsdauer beträgt etwa 1 Minute.

Das Bad ist während der Ätzdauer in Bewegung zu erhalten, um Konzentrationsänderungen über der Schlifffläche zu verhindern.

Infolge des Austausches zwischen dem Eisen der Probe und dem Kupfer der Lösung scheidet sich auf der geschliffenen Fläche schwammiges Kupfer ab.

[1]) Bericht über Ätzverfahren zur makroskopischen Gefügeuntersuchung des schmiedbaren Eisens und über die damit zu erzielenden Ergebnisse. Mitteilungen aus dem Königlichen Materialprüfungsamt 1906, Heft 5, S. 253.

Die Probe wird sodann rasch in eine mit Wasser gefüllte Schale übergeführt, in der mit einem Wattebausch der Kupferbeschlag unter Wasser entfernt wird.

Wenn die richtige Stärke des Ätzmittels (1 : 12) angewendet wird, gelingt dies sehr leicht.

Bei zu verdünnter Lösung setzt sich das Kupfer sehr fest auf dem Schliff an und läßt sich nur schwer entfernen.

Zu starke Lösungen greifen den Schliff zu rasch und stark an und bieten keinen Vorteil.

Nach Abspülen mit Wasser wird der Schliff noch mit Alkohol übergossen und dann rasch mit einem weichen Handtuch durch Tupfen (nicht durch Reiben) getrocknet[1]).

Im Exsikkator aufbewahrt halten sich die Schliffe beliebig lange, ohne zu rosten.

Die Ätzung mit Kupferammoniumchlorid liefert wertvolle Aufschlüsse über stellenweise erhöhten Kohlenstoffgehalt im Eisen, örtlich angereicherten Phosphorgehalt, sowie über bleibende Formveränderung in der Kälte, die das Eisen durchgemacht hat.

Für graphithaltige Roheisensorten, gehärteten Stahl, nickel- und chromreiche Stahle eignet sich dies Verfahren nicht, da sich hier das Kupfer so fest niederschlägt, daß es mit dem Wattebausch nicht zu entfernen ist.

Ätzen mit alkoholischer Salzsäure.

(Verfahren von A. Martens und E. Heyn.)

Sehr gut geeignet für alle Arten von Eisen und Stahl im nicht gehärteten, wie auch im gehärteten Zustand.

[1]) Das Übergießen mit Alkohol nach beendigter Ätzung und Abtupfen mit einem weichen Handtuch gilt auch für alle später beschriebenen Ätzverfahren.

Die Ätzdauer schwankt bei nicht gehärtetem Stahl zwischen 3 bis 15 Minuten. Bei gehärteten Stahlsorten ist eine erheblich längere Ätzdauer erforderlich; sie kann bis zu einer Stunde betragen.

Man verwendet eine Lösung von

1 ccm Salzsäure (1,19 spez. Gew.)

auf 100 ccm absoluten Alkohol.

Spezialstahlsorten (Nickel-, Chrom-, Wolframstahle) werden nur sehr langsam angegriffen.

Ätzen mit alkoholischer Salpetersäure.

(Verfahren nach Martens.)

In einigen Fällen empfiehlt es sich, die Salzsäure durch Salpetersäure zu ersetzen.

4 ccm Salpetersäure (1,14 spez. Gew.)

auf 100 ccm absoluten Alkohol.

Gußeisen (graues und weißes), Nickel-, Chrom- und Wolframstahlsorten werden schneller angegriffen als durch alkoholische Salzsäure.

Ätzen unter Zuhilfenahme des elektrischen Stromes.

Besonders geeignet für Spezialstahlsorten, die durch andere Ätzmittel nur schwer angegriffen werden.

Die Art der Ausführung ist aus Fig. 10 ersichtlich. *Pt* ist eine Platinschale, in der sich wässerige Salzsäure von

1 ccm Salzsäure (1,19 spez. Gew.)

in 100 ccm Wasser befindet[1]).

Die Platinschale *Pt* wird mit dem negativen und der Schliff mit dem positiven Pol einer galvanischen Batterie verbunden.

[1]) Statt Salzsäure ist auch wässerige Schwefelsäure mit Vorteil zu verwenden.

Ein Strom von 0,5 bis 0,7 Amp. auf den Quadratzentimeter Schlifffläche ist ausreichend.

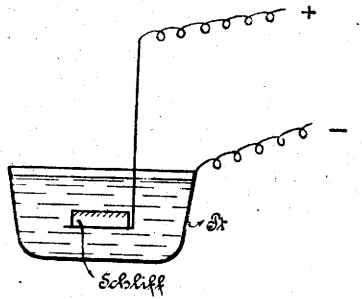


Fig. 10.

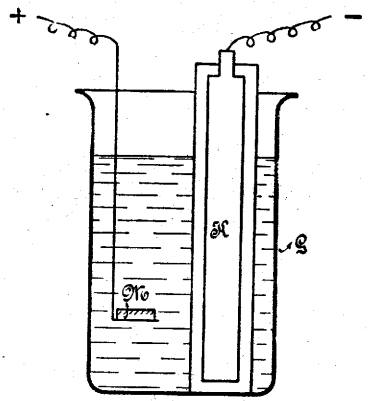


Fig. 11.

Die Ätzdauer beträgt 1 bis 5 Minuten, unter Umständen auch länger.

Für die Ätzung von Messing gibt Charpy folgende Anordnung an: In einem Gefäß *G* (s. Fig. 11) mit verdünnter Schwefelsäure (1 : 10) befindet sich eine poröse Tonzelle mit gesättigter Kupfersulfatlösung und einem Kupferstreifen *K*. Die Messingprobe *M* wird an einem Platindraht in die Schwefelsäure untergetaucht.

Man erhält auf diese Weise ein Daniellsches Element, in welchem die Messingprobe *M* das Zink ersetzt.

Die Einwirkungsdauer beträgt etwa $^1/_4$ Stunde. Die Methode eignet sich für alle Kupfer-Zink-Legierungen unter 50% Zink.

Ätzen mit Salpetersäure.

Salpetersäure (1,18 spez. Gew.) eignet sich vielfach zur Ätzung von kohlenstoffarmem Flußeisen an Stelle des Kupferammoniumchlorids. Für kohlenstoffreichere Stahlsorten ist konzentrierte Salpetersäure weniger geeignet, da sie die einzelnen Gefügebestandteile zu ungleichmäßig angreift.

Bei Kupfer ist Ätzung mit konzentrierter Salpetersäure vielfach nutzbringend.

Ätzen mit ammoniakalischem Kupferammoniumchlorid.

(*Verfahren nach Heyn.*)

Gut geeignet für Kupfer und die meisten Kupferlegierungen.

Zur Verwendung gelangt die schon Seite 21 beschriebene Kupferammoniumchloridlösung (1 : 12), der so viel Ammoniak zugefügt wird, daß die erst auftretende blaue Fällung wieder in Lösung geht. Die Ätzdauer beträgt auch hier etwa 1 Minute.

Nach dem Herausnehmen aus dem Ätzbade wird der Schliff in schwach ammoniakalischem Wasser abgespült und darauf wie üblich mit Alkohol übergossen und mit dem Handtuch abgetupft.

Außer den hier genannten gut bewährten Ätzverfahren sind von den verschiedenen Forschern noch zahlreiche andere Verfahren versucht und angewendet worden (Ätzung mit Jodtinktur, Pikrinsäure, Natriumpikrat u. a.), auf die hier einzugehen zu weit führen würde. Es muß auf die Seite 4 gegebene Literaturübersicht verwiesen werden.

Zu bemerken ist, daß es bei metallographischen Studien weniger auf große Zahl von Ätzmitteln ankommt, als darauf, daß man über die Eigenart der einzelnen Stoffe möglichst genau unterrichtet ist.

Feststellung der Ritzhärte

(nach Martens).

Im Anschluß an die beschriebenen Verfahren zur Erkennung und Unterscheidung der einzelnen Gefügebestandteile soll hier noch der Ritzhärteprüfer[1]) nach Martens erwähnt werden (s. Fig. 12).

Mit Hilfe dieses Apparates ist es in gewissen Fällen möglich, den Widerstand der einzelnen Gefügebildner gegen Ritzen festzustellen und auch dadurch die Unterscheidung derselben zu ermöglichen.

Das Prinzip ist kurz folgendes[2]): Unter einer bestimmten Belastung, die durch die Laufrolle *L* (siehe Fig. 12) eingestellt werden kann, wird eine unter 90° geschliffene Diamantspitze *D* über den zu prüfenden Schliff geführt. Sie hinterläßt dabei einen Ritz *R* (siehe Fig. 13).

[1]) Der Anstaltsmechaniker des Königlichen Materialprüfungsamtes zu Groß-Lichterfelde baut den Apparat. Preis etwa 430 M.

[2]) Ausführliche Beschreibung und Erläuterung siehe: A. Martens, Untersuchung dreier Härteprüfer (System Martens). Mitteilungen aus den Königlichen technischen Versuchsanstalten, 1890, S. 215.

Je nach der Härte der einzelnen Gefügebestandteile dringt die Diamantspitze mehr oder weniger tief in das

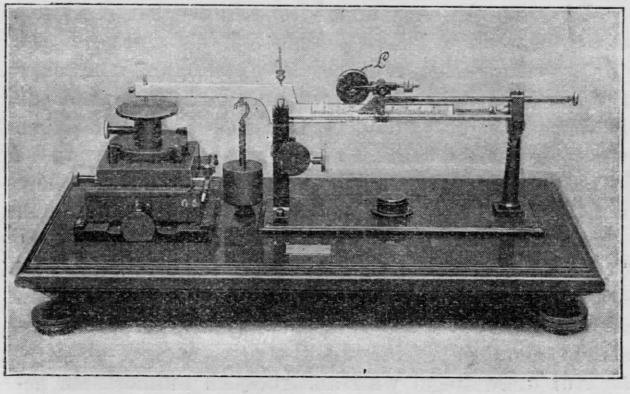


Fig. 12.

Material ein. Die Breite des Ritzes *R* ist demnach um so größer, je weicher der Gefügebestandteil ist.

Lichtbild 5 (Tafel III) stellt in 242facher linearer Vergrößerung das Kleingefüge einer Weißmetalllegierung (Zinn, Antimon, Kupfer) nach dem Ritzen dar.

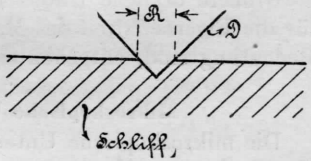


Fig. 13.

In der dunklen (zinnreichen) Grundmasse sind die Ritze erheblich breiter als in dem hellen (antimonreichen) Kristall *Sb*.

Daraus ergibt sich ohne weiteres, daß die Kristalle härter sind als die Grundmasse.

Untersuchung der Schliffe.

Allgemeiner Gang der Untersuchung.

Die erste Untersuchung des Schliffes hat stets mit unbewaffnetem Auge zu erfolgen.

In vielen Fällen, z. B. bei der Feststellung von Seigerungen[1]), gibt nach geeigneter Vorbehandlung schon die Beobachtung des Schliffes mit unbewaffnetem Auge wertvolle Aufschlüsse.

Alsdann wird, wo erforderlich, zur Untersuchung mit bewaffnetem Auge (Lupe, Mikroskop) geschritten.

Als allgemeine Regel ist zu beachten, daß stets mit der schwächsten Vergrößerung begonnen wird und erst dann zu stärkerer Vergrößerung überzugehen ist, wenn durch die schwächere Vergrößerung der gesuchte Aufschluß nicht gefunden wurde.

Auf diese Regel wird ausdrücklich aufmerksam gemacht. Anfänger glauben meist, daß sie ausschließlich mit starken Vergrößerungen arbeiten müssen, und berücksichtigen nicht, daß sie dann nur ganz winzige Teilchen des Schliffs beobachten.

Gröbere örtliche Unterschiede im Gefüge, die meist für die Eigenschaften des Materials von hervorragender Bedeutung sind, entgehen ihnen hierbei.

Mikroskopische Untersuchung.

Die mikroskopische Untersuchung von Metallen und Metallegierungen kann wegen der geringen Lichtdurchlässigkeit nur im auffallenden Licht ausgeführt werden.

Sogenannte Dünnschliffe, wie sie in der Petrographie üblich sind, werden nicht hergestellt.

Die Metallschliffe sind völlig undurchsichtig.

[1]) Vgl. Bd. II „Beispiele aus der metallographischen Praxis".

Ihre Beleuchtung wird dadurch möglich, daß die Schliffläche wie ein Spiegel wirkt.

Die Beleuchtung wird auf folgende Weise herbeigeführt:

Beleuchtung durch schräg einfallendes Tageslicht[1]).

Der Schliff wird, wie in Fig. 14 angedeutet, zur optischen Achse des Mikroskopes in eine geneigte Lage gebracht und durch schräg einfallendes, zerstreutes Tageslicht belichtet.

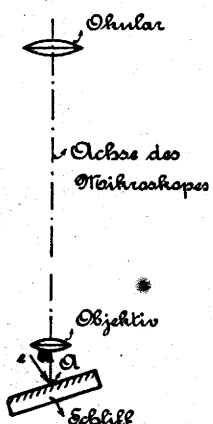


Fig. 14.

Der Schliff reflektiert die einfallenden Lichtstrahlen *e* in die Achse des Mikroskops. Hierbei erscheint nur ein schmaler Streifen des Schliffes, in der unmittelbaren Nachbarschaft von *A* (siehe Fig. 14) scharf, während der übrige Teil des Schliffes unscharf ist.

Je stärker die Vergrößerung des Objektivs gewählt wird, um so schmäler wird der scharf abgebildete Streifen. Daraus erklärt sich, daß diese Beleuchtungsart für starke Vergrößerungen nicht brauchbar ist.

Für schwächere Vergrößerungen leistet sie wegen ihrer Bequemlichkeit sehr gute Dienste.

[1]) Vgl. A. Martens und E. Heyn: Über die Mikrophotographie im auffallenden Licht und über die mikrophotographischen Einrichtungen der Königlichen mechanisch-technischen Versuchsanstalt in Charlottenburg. Mitteilungen aus den Königlichen technischen Versuchsanstalten, 1899, S. 73.

Als Mikroskop, das diese Beleuchtungsart verwendet, ist das Martenssche Kugelmikroskop (Fig. 15) zu empfehlen.

Der Schliff wird auf den Tisch *T* gelegt. Der Tisch ruht auf einer Kugellagerung, so daß er bequem in jeden Winkel zur Mikroskopachse gestellt werden kann.

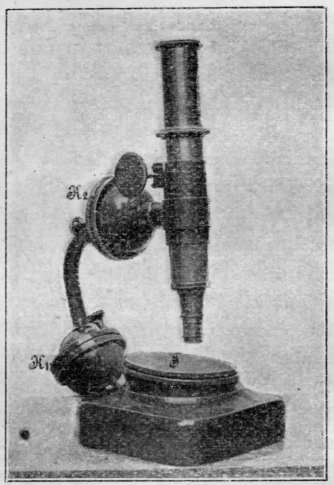


Fig. 15.

Das Mikroskopstativ enthält zwei Kugelgelenke K_1 und K_2, die es ermöglichen, das Mikroskop in jede beliebige Lage im Raum zu bringen.

Dadurch ist es möglich, auch größere Stücke, an denen Flächen angeschliffen sind, zu beobachten.

Ausgezeichnete Dienste leistet es beim Beobachten des Verlaufes des Polierens und Ätzens der Schliffe,

sowie beim Absuchen größerer Flächen nach gröberen Fehlstellen, Schlackeneinschlüssen usw.

Als passende Gläser können empfohlen werden:

Achromat. Objektiv aa [1])
„ „ A
„ „ a*
Huygenssches Okular 2
„ „ 4.

Für die meisten Zwecke genügt Objektiv A und Okular 2.

Beleuchtung durch ein Planparallelglas.

Der einfallende Lichtstrahl *e* (s. Fig. 16) trifft auf ein unter 45° zur optischen Achse des Mikroskopes geneigtes Planparallelglas *pl*. Ein Teil des Lichtes geht in der Richtung *e'* durch das Planparallelglas und geht für die Beleuchtung verloren; ein anderer Teil wird in der Richtung des Pfeiles *1* auf den Schliff reflektiert. Dieser wirft das Licht in der Richtung des Pfeiles *2* auf das Planparalle'g'as zurück.

Dort wird ein Teil des Lichtes in der Richtung des Pfeiles *3*, also parallel zur optischen Achse des Mikroskopes durchgelassen, während ein anderer Teil in Richtung des Pfeiles *4* reflektiert wird und so verloren geht.

Wegen des Lichtverlustes ist diese Beleuchtungsart nur für schwache Vergrößerung verwendbar. Da das Planparallelglas *pl* zwischen Objektiv und Schliff aufgestellt wird, so müssen Objektive mit großem Objektabstand, also auch schwacher Vergrößerung gewählt werden.

[1]) Die Bezeichnungen beziehen sich sämtlich auf die Fabrikate der Firma Carl Zeiß in Jena.

Die Dicke des Planparallelglases muß möglichst gering sein (etwa die Dicke eines gewöhnlichen Deckglases), weil bei größerer Dicke starke Verzerrungen in der Abbildung des Objektes eintreten.

Fig. 16.

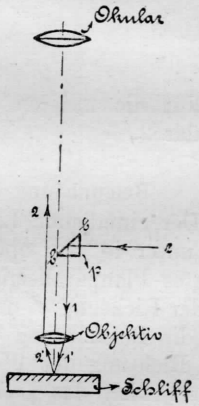


Fig. 17.

Beleuchtung durch ein total reflektierendes Prisma.

(Vertikalilluminator.)

Für starke Vergrößerungen eignet sich am besten die Beleuchtung durch ein Prisma[1]) (s. Fig. 17).

Über dem Objektiv im Tubus befindet sich ein total reflektierendes Prisma *p*, welches das Objekt zur Hälfte verdeckt.

Der einfallende Lichtstrahl *e*[2]) gelangt auf die Fläche

[1]) Vertikalilluminator nach Zeiß.

[2]) Tageslicht genügt nicht. Zur Verwendung gelangt eine der im folgenden beschriebenen künstlichen Lichtquellen.

lb des Prismas, wird von dieser total reflektiert und gelangt auf das Objektiv in der Richtung des Pfeiles *1*. Das Objektiv lenkt den Strahl nach Pfeil *1'* ab. Der Gang des vom Schliff reflektierten Strahles wird durch die Pfeile *2'*, *2* angedeutet, wobei *2* parallel der optischen Achse des Mikroskopes ist.

Fig. 18 stellt den Vertikalilluminator mit einem Objektiv und mit dem unteren Ende des Tubus, zur Hälfte durchschnitten, dar.

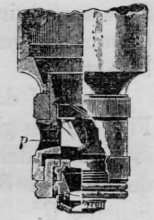


Fig. 18.

Künstliches Licht.

Als künstliche Lichtquelle sind verschiedene Lichtarten im Gebrauch (Bogenlicht, Nernst-Lampe, Kalklicht, Quecksilberlicht usw.).

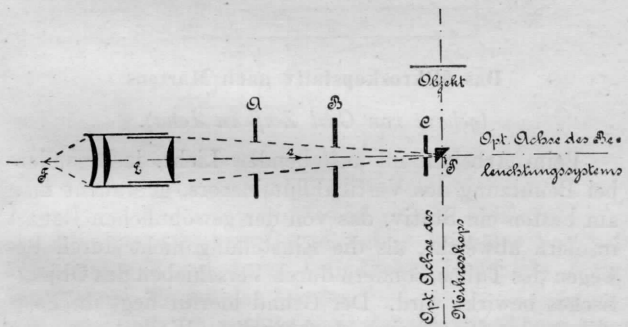


Fig. 19.

Im folgenden soll die im Königlichen Materialprüfungsamt bereits vor Jahren durch Martens eingeführte Einrichtung beschrieben werden. Sie liefert ein

ruhiges, nicht zu helles Licht, das dem Tageslicht ähnlich ist.

Durch einen Wolzschen Brenner für Leuchtgas und Sauerstoff wird ein sehr stark gesinterter Magnesiastift (Strumpfträger für Auerbrenner) zum Weißglühen gebracht.

Der auf das Prisma einfallende Lichtstrahl *e* (siehe Fig. 19) des glühenden Stiftes *F* geht durch das Linsensystem *L* der Beleuchtungsvorrichtung, zwei Irisblenden *A* und *B* und nötigenfalls noch durch eine matte Scheibe *C*.

Wird Bogenlicht verwendet, so ist der Lichtüberschuß so groß, daß zur Abschwächung zwischen Beleuchtungsquelle und Vertikalilluminator Glaskästen mit Flüssigkeit eingeschaltet werden müssen. Als Flüssigkeit kann z. B. eine wässerige Lösung von Kaliumbichromat verwendet werden.

Das Mikroskopstativ nach Martens

(gebaut von Carl Zeiß in Jena).

Beim Arbeiten im auffallenden Licht, insbesondere bei Benutzung des Vertikalilluminators, gebraucht man am besten ein Stativ, das von der gewöhnlichen Bauart insofern abweicht, als die Einstellung nicht durch Bewegen des Tubus, sondern durch Verschieben des Objekttisches bewirkt wird. Der Grund hierfür liegt im Feststehen der künstlichen Lichtquelle. Wollte man den Tubus und damit auch gleichzeitig den Vertikalilluminator verschieben, so müßte auch die Lichtquelle wandern, was mancherlei Unzuträglichkeiten zur Folge hätte.

Bei metallographischen Arbeiten hat sich das Stativ nach Martens ausgezeichnet bewährt. Es soll hier kurz beschrieben werden [1]).

Fig. 20 stellt eine Zeichnung des Mikroskopstativs dar.

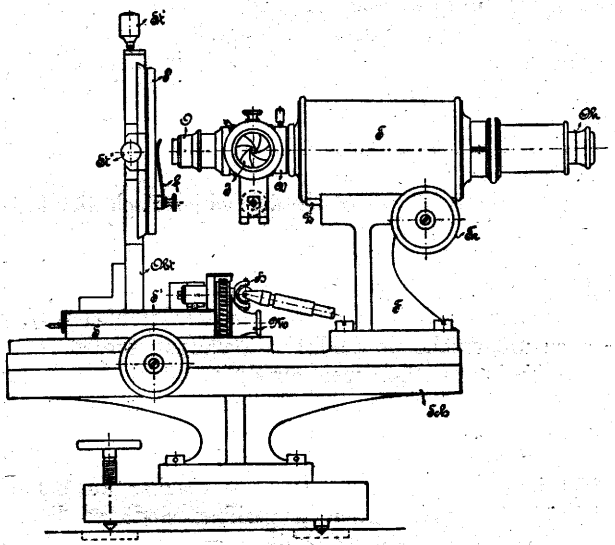


Fig. 20.

Zwischen Objektiv *O* und Tubus *T* ist der Vertikalilluminator *V* mit davor befindlicher Irisblende *J* eingeschaltet. *Ok* ist das Okular.

Der Tubus ist mittels einer Zahnstange *Z* und eines Triebes *Tr* wagrecht auf dem Fuß *F* verschiebbar.

[1]) Ausführliche Beschreibung findet der Leser in der Arbeit von A. Martens und E. Heyn: Über die Mikrophotographie im auffallenden Licht und über die mikroskopischen Einrichtungen der Königlichen mechanisch-technischen Versuchsanstalt in Charlottenburg. Mitteilungen aus den Königlichen technischen Versuchsanstalten zu Berlin. 1899, Heft 3.

F ruht auf dem einen Ende der Schiene *Sch*. Auf dem anderen Ende befindet sich ein durch Zahn- und Triebbewegung verschiebbarer Schlitten *S*. Er trägt die Führung für einen zweiten, kleineren Schlitten *S'*, der durch die Mikrometerschraube *M* fein bewegt wird.

Der Rand der Mikrometerschraube *M* trägt einen Kranz von schräg gestellten Zähnen, in die ein Trieb eingreift. Dieser Trieb kann mittels eines Hookeschen Schlüssels *H*, der mit einer abnehmbaren Holzstange versehen ist, von der Mattscheibe der Kamera aus bewegt werden.

Auf dem Schlitten *S'* ist der Objekttisch *Obt* festgemacht. Die Platte *P* ist durch die beiden Stellschrauben *St'*, *St''* in horizontaler und vertikaler Richtung verschiebbar.

Auf der Platte *P* kann mittels der Tischfedern *f*, *f* der zu untersuchende Schliff festgehalten werden.

Unbedingtes Erfordernis zur Erzielung scharfer Bilder ist senkrechte Stellung der Schlifffläche zur Achse des Mikroskopes.

Da diese Bedingung bei feststehendem Objekttisch nicht immer erfüllbar ist, weil die Flächen am Schliff nicht immer planparallel herstellbar sind, so liefert die Firma Carl Zeiß noch einen zweiten, besonderen Objekttisch *Obt'*, der auf den Tisch *Obt* aufgesetzt werden kann.

Er ist beweglich und nach Fig. 21 mit Justierschrauben *j*, *j* versehen, wodurch es möglich wird, den auf ihm mittels der Tischfedern *f*, *f* befestigten Schliff senkrecht zur optischen Achse des Mikroskopes einzustellen.

Um Zerkratzen der Schlifffläche durch die Tischfedern *f*, *f* zu vermeiden, kittet man zweckmäßig den

Schliff mittels einer Mischung von Kolophonium und Wachs (1:3) auf eine Glasplatte *Gl* auf.

Die Tischfedern kommen alsdann nur mit der Glasplatte in Berührung.

Fig. 22 zeigt das Gesamtbild [1]) des Mikroskopes mit Beleuchtungsvorrichtung und Kamera, wie es im Königlichen Materialprüfungsamt aufgestellt ist.

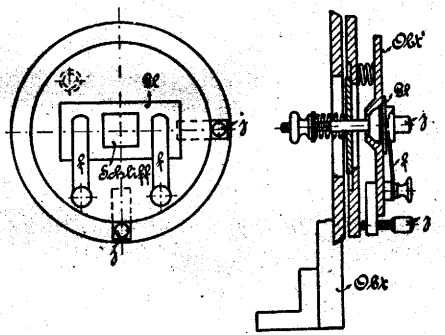


Fig. 21.

Zum Zweck der photographischen Aufnahme wird das Okular, wenn erforderlich, durch ein Projektionsokular ersetzt, die Kamera mit der Mattscheibe herangeschoben und das Bild mit Hilfe der beschriebenen Ferneinstellung auf der Mattscheibe eingestellt [2]).

[1]) Das Bild ist zugleich von historischem Interesse, da es das erste in dieser Bauart ausgeführte Mikroskop darstellt.

[2]) Außer dem hier beschriebenen Stativ nach Martens sind noch eine Anzahl weiterer Stative und Mikroskope für metallographische Arbeiten im Gebrauch. Erwähnt sei hier noch das „Mikroskop nach Le Chatelier", von der Firma Ph. Pellin in Paris gebaut (Contribution à l'étude des alliages, S. 431).

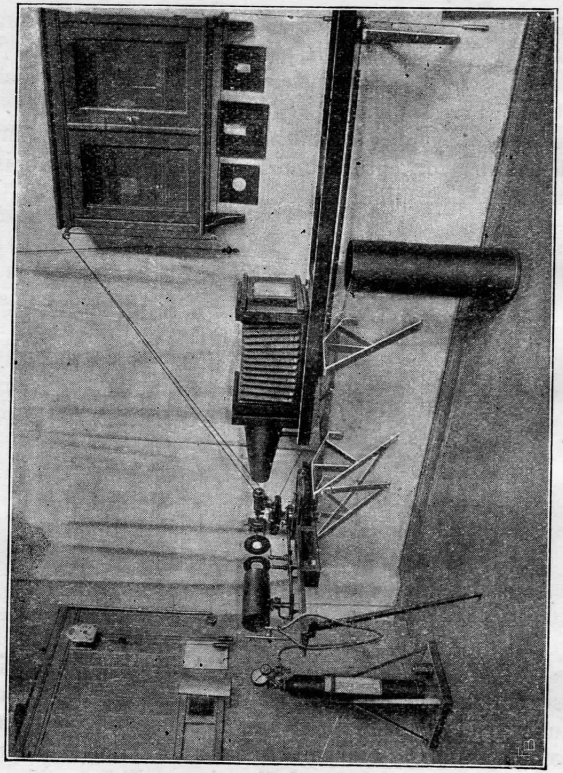


Fig. 22.

Objektive und Okulare.

Im folgenden soll noch eine bewährte Auswahl von optischen Gläsern, die für alle Zwecke der Metallographie ausreichen dürfte, gegeben werden.

1. Mikroplanar 70 [1]) für schwache Vergrößerungen und Aufnahmen im zerstreuten Tageslicht.

2. Objektiv 35, oder Mikroplanar 35 für Benutzung mit Prisma oder mit Planparallelglas.

Die Gläser 1 und 2 arbeiten ohne Projektionsokular. Zur Beobachtung mit dem Auge, oder zur Auswahl einer bestimmten Stelle für die Aufnahme kann Objektiv 35 (oder Mikroplanar 35) in Verbindung mit dem Sucherokular (siehe unter 6.) oder irgend einem Kompensationsokular (siehe unter 8.) benutzt werden.

3. Apochromat 16.

4. Apochromat 4, kurze Konstruktion [2]), 16. und 4. zur Verwendung ohne Deckglas. Beleuchtung mit Vertikalilluminator.

5. Apochromat 2 (Apertur 1,3 oder 1,4) für Ölimmersion. Verwendung mit Deckglas und Beleuchtung durch Vertikalilluminator.

6. Sucherokular.

7. Projektionsokulare P_2 und P_4.

8. Kompensationsokular 4 und 12 für Okularbeobachtung.

Bei Apochromat 2 ist die Anwendung eines Deckgläschens empfehlenswert, da sonst der Schliff durch die Immersionsflüssigkeit verdorben wird.

Man verfährt dabei wie folgt: Das Deckgläschen (etwa 0,15 mm dick) wird mit einem Tropfen Kanadabalsam [3]) betupft und auf die Schlifffläche leicht aufgedrückt.

---

[1]) Die Bezeichnungen beziehen sich auf den Katalog der Firma Carl Zeiß in Jena.

[2]) Die kurze Konstruktion wurde auf Anregung von Martens von der Firma Carl Zeiß angefertigt; sie arbeitet im auffallenden Licht günstiger als die sonst gelieferte mit langer Fassung.

[3]) Ist der Kanadabalsam zu dickflüssig geworden, so kann er durch einige Tropfen Xylol verdünnt werden.

Der Schliff braucht dabei nicht aus seiner bereits genau eingestellten Lage auf dem Objekttisch entfernt zu werden.

Hierauf wird, ohne das Trocknen des Balsams abzuwarten, zwischen Objektiv und dem mit dem Deckgläschen bedeckten Schliff ein Tropfen Zedernöl eingetragen, so daß das Objektiv in das Zedernöl eintaucht. Das höchste Maß der linearen Vergrößerung, welche man mit der obengenannten Auswahl optischer Gläser erzielen kann, ist etwa 3000fach. Man wird aber praktischerweise 2000 nicht überschreiten.

Überhaupt ist bei der photographischen Wiedergabe weniger mit der Vergrößerung selbst, als mit der möglichst vollkommenen Auflösung der Details zu rechnen. Mit der Vergrößerung weiter zu gehen, als es diese Rücksicht unbedingt erfordert, ist ohne praktischen Wert.

Auch empfiehlt es sich stets, stärkere Vergrößerungen nicht durch weite Abstände der Mattscheibe vom Okular oder durch starke Projektionsokulare, sondern durch Anwendung stärkerer Objektivsysteme zu erzielen, weil sonst wegen Lichtschwäche ein genaues Einstellen schwierig wird und außerdem die Kontraste zwischen hell und dunkel zu sehr abgestumpft werden [1]).

Vor der photographischen Aufnahme hat man erst die lineare Vergrößerung, die durch die in Betracht kommenden Gläser auf der Mattscheibe erzielt wird, festzustellen.

Zu diesem Zweck wird an Stelle des Objektes (Schliffes) ein Objektmikrometer auf den Objekttisch gebracht.

Es besteht aus einem dünnen Glasplättchen, auf welchem 1 mm in 100 Teile geteilt ist [2]).

[1]) Zur Scharfeinstellung auf der Mattscheibe verwendet man mit Vorteil eine Einstellupe von Carl Zeiß.

[2]) Objektmikrometer werden von Carl Zeiß, Jena, geliefert.

Das Bild des Mikrometers wird auf die Mattscheibe geworfen und der Abstand der einzelnen Teilstriche voneinander mit einem Millimetermaßstab gemessen.

Hieraus ergibt sich ohne weiteres die lineare Vergrößerung der verschiedenen benutzten Gläser mit den dazu verwendeten Projektionsokularen.

Da es zu umständlich wäre, obige Feststellung vor jeder Aufnahme zu wiederholen, so stellt man sich ein für allemal in Tabellenform die einzelnen Vergrößerungen für die verschiedenen Gläser bei verschiedener Kammerstellung zusammen.

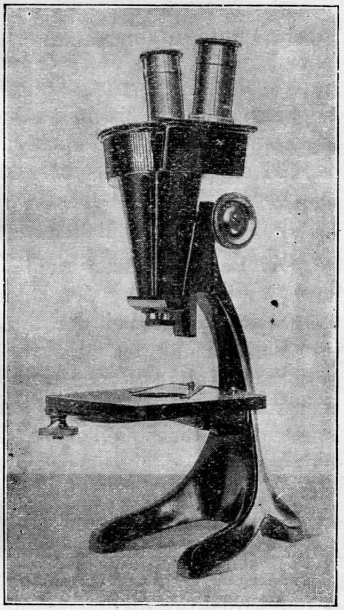


Fig. 23.

Binokulares Mikroskop für stereoskopisches Sehen.

Für viele Zwecke, namentlich für Untersuchungen bei schwacher Vergrößerung von Brucherscheinungen, gröberen Fehlern im Material (z. B. Seigerungsstellen, Schlackeneinschlüsse, Schweißstellen), zur Feststellung von Höhenunterschieden (Relief) usw., leistet das von C. Zeiß, Jena, gebaute binokulare Mikroskop nach Greenough (s. Fig. 23) wertvolle Dienste.

Für die meisten Zwecke ausreichende Gläser sind:
Objektivpaar a_2.
Okular 2.

Das Photographieren des mikroskopischen Bildes.

Platten.

Sehr gut bewährt haben sich Silbereosinplatten und Perxantoplatten von Perutz, München. Das Format 9 × 12 cm ist für die meisten Zwecke ausreichend.

Belichtungszeit.

Die Belichtungszeit richtet sich nach der Helligkeit und der Farbtönung der Bilder.

Sie schwankt bei der auf S. 33 beschriebenen Art der Beleuchtung des Objektes (Magnesiastift, Leuchtgas und Sauerstoff) zwischen einigen Sekunden bei schwacher Vergrößerung und 3 bis 4 Minuten bei Ölimmersion.

Andere Lichtquellen (z. B. Bogenlicht) erfordern entsprechend der größeren Helligkeit kürzere Belichtungszeit.

Bei Verwendung von Mikroplanaren ist die Belichtungszeit knapp zu bemessen, da diese Gläser große Lichtstärke besitzen. Apochromat 16 und Apochromat 4 mit Projektionsokular 2 erfordern unter sonst gleichen Umständen nahezu gleiche Belichtungszeit.

Apochromat 2 braucht eine etwa 2,5 bis 3fache Belichtungsdauer als letztere.

Entwicklung der Bilder.

Die allgemeine Technik der Photographie muß als bekannt vorausgesetzt werden.

Jedes Retuschieren, örtliches Verstärken oder Abschwächen der Negative ist selbstverständlich zu vermeiden. Solche Bilder besitzen keinen wissenschaftlichen Wert.

Aus der großen Zahl guter Entwickler[1]) sollen hier nur zwei genannt werden, die seit Jahren im Königlichen Materialprüfungsamt in Gebrauch sind und sich gut bewährt haben.

a) Eikonogen-Hydrochinon-Entwickler.
Er besteht aus zwei Lösungen:

Lösung I
900 g destilliertes Wasser,
100 g Natriumsulfit (Na_2SO_3),
16 g Eikonogen,
4 g Hydrochinon.

Lösung II
200 g destilliertes Wasser,
40 g Pottasche (K_2CO_3).

Zum Gebrauch werden 90 ccm von Lösung I mit 20 ccm von Lösung II vermischt und etwa 7 Tropfen von gelbem Blutlaugensalz (1: 10) und 3 Tropfen Bromkaliumlösung (1: 10) hinzugefügt.

Der frische Entwickler ist in den meisten Fällen zu kräftig. Man fügt daher etwa $^1/_4$ bis $^1/_3$ gebrauchte Entwicklerflüssigkeit hinzu.

b) Glycin-Entwickler:
600 ccm destilliertes Wasser,
40 g Natriumsulfit (Na_2SO_3),
10 g Glycin,
200 ccm Pottaschelösung (1: 5).

[1]) Vgl.: „Rezepte und Tabellen für Photographie und Reproduktionstechnik" von Dr. Josef Maria Eder. Verlag von Wilhelm Knapp, Halle a. S.

Der Entwickler ist fertig zum Gebrauch in gut verschlossener Glasflasche aufzubewahren.

Bei geringer Überexposition der Platte, oder bei zu großer Wärme im Sommer genügen einige Tropfen Bromkaliumlösung, um die Platte klar zu halten.

Die Entwicklungszeit schwankt zwischen 5 und 10 Minuten.

Das Fixierbad.

Nach dem Entwickeln werden die Negative sorgfältig mit Wasser abgespült und in das Fixierbad gelegt, in dem sie 10 bis 12 Minuten verweilen, bis auf der Rückseite der Platte keine milchigen Stellen mehr sichtbar sind.

Folgendes Fixierbad ist zu empfehlen:

Man mischt 1 Liter Fixiernatron 1: 4 (Natriumthiosulfat) mit 50 bis 100 ccm konzentrierter saurer Natriumsulfitlösung, welche käuflich zu haben ist.

Nach dem Fixieren werden die Platten mit Wasser abgespült und 1 bis 2 Stunden in fließendem Wasser gewässert, worauf sie an der Luft trocknen.

Herstellung der Positive.

Aus der großen Zahl brauchbarer Kopierpapiere soll hier nur das im Königlichen Materialprüfungsamt verwendete Celloidinpapier genannt werden. Es gehört zu den glänzenden Kopierpapieren.

Die Bilder werden stets stärker kopiert, als das fertige Bild aussehen soll, da bei der folgenden Operation des Tonens das Bild zurückgeht.

Nach einiger Übung gelingt es leicht, den richtigen Ton zu treffen.

Das Tonen und Fixieren wird der Einfachheit wegen gleichzeitig ausgeführt.

Für Celloidinpapier eignet sich folgendes Tonfixierbad:

2000 g destilliertes Wasser,
500 g Natriumthiosulfat (Fixiernatron),
55 g Ammoniumrhodanit,
15 g Alaun,
15 g Zitronensäure,
20 g Bleinitrat,
20 g Bleiacetat,
1 g Goldchlorid.

Man löst erst die einzelnen Salze für sich in je einem Teil des Wassers und gießt die Lösungen der Reihe nach zusammen.

Die Bilder verbleiben in diesem Bad unter stetigem Rühren etwa 10 bis 12 Minuten und werden alsdann noch 1 bis 2 Stunden in fließendem Wasser gewässert.

Um die vorzeitige Erschöpfung des Goldgehaltes zu verhindern, fügt man zum alten Tonfixierbad immer etwas frische Lösung hinzu.

Die Dunkelkammer.

Die Anlage der Dunkelkammer muß sich in den meisten Fällen bereits vorhandenen Räumlichkeiten anpassen.

Als Grundregel gilt:

„Alles was nicht unbedingt erforderlich ist, ist fortzulassen."

Ist Platz genug vorhanden, so dürfte die in Fig. 24 skizzierte Einrichtung allen Zwecken genügen:

a = Tisch zum Entwickeln,
b = Wandbrett für Entwickler,

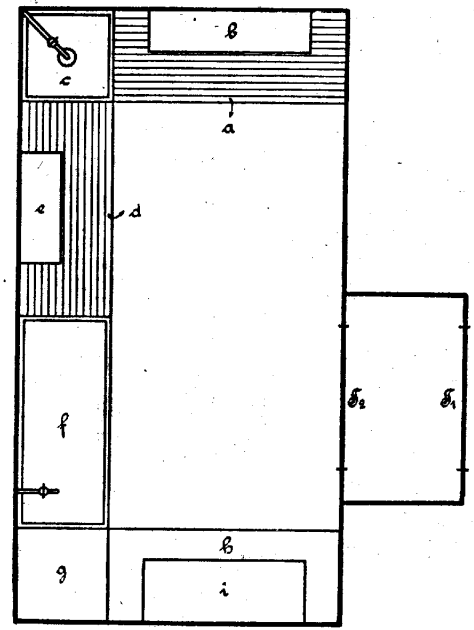


Fig. 24.

c = Spülung mit Brause,
d = Tisch zum Fixieren,
e = Wandbrett für Fixierbad,
f = Spülbecken zum Wässern der Platten,
g = Tisch mit Gestell zum Trocknen der Platten,
h = Tisch zum Einlegen der Platten,
i = Schrank zum Aufbewahren der Platten und Reagenzien.

Der Tisch zum Entwickeln a und zum Fixieren d ist mit Bleibelag belegt. Auf dem Bleibelag liegen Holzroste. Beide Tische haben eine schwache Neigung zum Spülbecken c.

Um eine Verwechselung der Reagenzien in der Dunkelheit zu vermeiden, befinden sich über jedem Tisch nur die Reagenzien, die dort gebraucht werden.

Da es wünschenswert ist, den Raum auch während der Arbeit verlassen und betreten zu können, so sind zwei Türen T_1 und T_2 vorgesehen.

Für ausreichende Lüftung muß gesorgt werden.

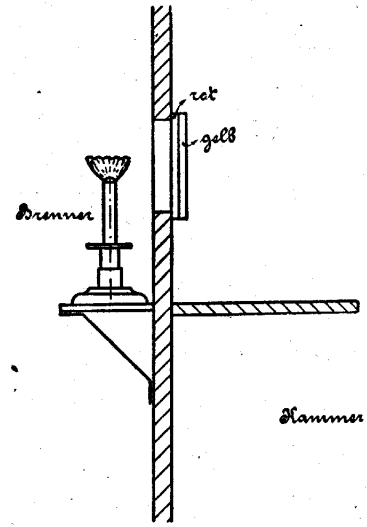


Fig. 25

Steht elektrisches Licht (Glühlicht) zur Verfügung, so bietet dieses manche Bequemlichkeit.

Die farblose Glasbirne wird durch eine im Handel erhältliche rote Birne ersetzt. Vor Ingebrauchnahme der käuflichen roten Birne überzeuge man sich erst von der Lichtdurchlässigkeit des roten Glases.

Außer dem roten Licht muß in der Dunkelkammer für Reinigungs-, Aufräumungsarbeiten usw. noch weißes Licht vorhanden sein.

Steht elektrisches Licht nicht zur Verfügung, so kann man sich ebensogut mit Gas-, Kerzen- oder Petroleumlicht behelfen.

In diesem Falle ordnet man den Gasbrenner zweckmäßig außerhalb der Kammer an, wie in Fig. 25 angedeutet.

Durch Schiebefenster mit einer roten und gelben Scheibe gelangt das Licht in die Dunkelkammer.

Das Tonen der Abzüge und das Wässern der Kopien braucht nicht notwendigerweise in der Dunkelkammer zu geschehen. Ebenso können auch die fixierten Platten, wenn in der Dunkelkammer nicht genügend Raum vorhanden ist, bei Tageslicht gewässert werden.

Apparate zur Temperaturbestimmung.

Da der Zustand der Metalle und Legierungen in erster Linie eine Funktion der Temperatur ist [1]), so sind möglichst genaue und einwandfreie Apparate zur Temperaturmessung für metallographische Arbeiten unbedingtes Erfordernis.

Hier sollen einige der gebräuchlichsten genannt werden.

Quecksilber-Thermometer.

Für Temperaturen bis zu etwa 400° C sind Quecksilberthermometer aus Jenaer Glas ausreichend.

Die Quecksilberthermometer sind stets so geeicht, daß sie die richtige Temperatur nur dann unmittelbar anzeigen, wenn das gesamte Quecksilber sich innerhalb der zu messenden Temperatur befindet.

[1]) Übergang aus dem flüssigen in den festen Aggregatzustand und umgekehrt (Erstarrungs- bzw. Schmelztemperatur), Umwandlungen im bereits erstarrten Zustand (Haltepunkte), Überhitzungserscheinungen usw. Auf alle diese Vorgänge wird im zweiten Band ausführlich zurückgekommen.

In der Regel läßt es sich aber bei Temperaturmessungen nicht vermeiden, daß nur ein Teil des Quecksilbers die zu messende Temperatur annimmt, ein Teil des Quecksilberfadens aber in einen Raum mit niedrigerer Temperatur hineinragt.

Alsdann gibt die Thermometerablesung nicht unmittelbar die richtige Temperatur an, sondern es muß noch eine Korrektur angebracht werden. (Korrektur für den herausragenden Faden [1]).)

Ist die unmittelbare Thermometerablesung $T°$, so ist die Korrektur, die zur abgelesenen Temperatur zuzuzählen ist,

$$+\frac{n}{6300}(T-t),$$

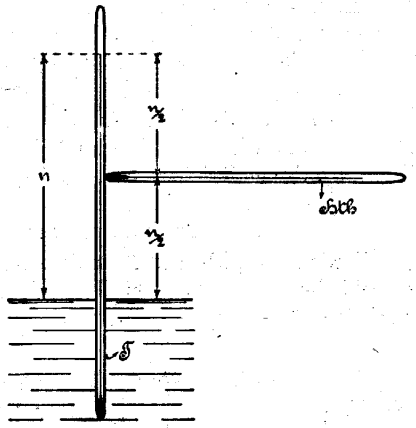


Fig. 26.

wenn das Thermometer aus Jenaer Glas XVI III oder aus Greiner und Friedrichsschem Resistenzglas besteht.

In der Formel bedeutet n = die Länge des herausragenden Fadens in Thermometergraden (s. Fig. 26) und t = die mittlere Temperatur des herausragenden Quecksilberfadens. Letztere wird bestimmt durch ein Hilfs-

[1]) Landolt-Börnstein, Physikalisch-chemische Tabellen. Julius Springer, 1905, S. 195.

thermometer *Hth*, dessen Quecksilberkugel sich in der Mitte des herausragenden Fadens befindet und vor direkter Wärmestrahlung geschützt ist.

Von Zeit zu Zeit muß man sich davon überzeugen, ob das benutzte Thermometer noch richtig anzeigt, da die Quecksilberthermometer für höhere Temperaturen nach längerer Zeit des Gebrauchs fehlerhafte Anzeigen liefern können.

Am einfachsten verfährt man in der Weise, daß man das Thermometer mit einem von der Physikalisch-technischen Reichsanstalt geeichten Normalthermometer vergleicht.

Das Normalthermometer dient lediglich zu Eichzwecken und wird von Zeit zu Zeit durch die Physikalisch-technische Reichsanstalt nachgeprüft.

Thermoelemente.

Werden zwei Drähte *A* und *B* (s. Fig. 27) aus zwei verschiedenen Metallen bei *T* miteinander verlötet, und wird die Lötstelle *T* erhitzt, so entsteht ein elektrischer Strom.

Die Spannung dieses Stromes wächst mit der Temperatur.

Verbindet man die beiden freien Enden *tt* der Drähte *A* und *B* mit Kupferdraht *Cu* und schließt die Kupferdrähte an die beiden Pole eines empfindlichen Galvanometers *G* mit hohem Widerstand an, so läßt sich auf diese Weise die Spannung des erzeugten Stromes angenähert messen.

Man nennt die beiden verbundenen Drähte *A*, *B* ein Thermoelement. Die Lötstelle *T* wird als Warmlötstelle, die Verbindungsstellen *tt* werden als Kaltlötstellen bezeichnet.

Da bei ein und demselben Thermoelement die elektromotorische Kraft ausschließlich von der Temperaturdifferenz $T - t$ abhängt, so kann am Galvanometer außer der Teilung in Millivolt gleichzeitig eine Skala angebracht werden, die die Temperatur $T - t$ unmittelbar in Celsiusgraden abzulesen gestattet. Die Teilung des Galvanometers bezieht sich stets auf ein Element, dessen Kaltlötstellen *tt* die Temperatur 0° haben [1]).

Für genaue Messungen ist jedoch folgendes zu beachten:

Das Galvanometer *G* zeigt die Stromstärke an, die nur unter der Bedingung der Spannung proportional ansteigt, daß gegen den hohen Widerstand des Galvanometers der Widerstand im übrigen Stromkreis nicht in Betracht kommt. Dies trifft nicht immer zu. Die Widerstände im Stromkreise wechseln je nach der Länge der Leitungen und ferner auch je nach dem Temperaturgefälle, das von der Warmlötstelle *T* aus bis zur Kaltlötstelle *t* herrscht. Die „Eintauchtiefe" des Thermoelementes kann daher die Angaben des Galvanometers wesentlich beeinflussen.

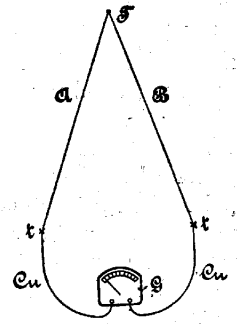


Fig. 27.

Diese störenden Einflüsse lassen sich aber vollständig ausschalten, wenn man nicht die Thermokraft *Ex* direkt mißt, sondern eine andere bekannte, regelbare elektromotorische Kraft E_1 (Akkumulator u. dgl.) gegen das

[1]) Die Firmen Siemens & Halske, Berlin, Keiser & Schmidt, Berlin u. a. liefern solche Galvanometer mit doppelter Teilung für Millivolt und Temperatur in C-Graden.

Thermoelement schaltet und E_1 so lange verändert, bis die Stromstärke im Stromkreis gleich 0 wird. Dann ist die gesuchte elektromotorische Kraft Ex gleich der bekannten E_1 (Kompensationsverfahren) [1]).

Da das Kompensationsverfahren für die meisten metallographischen Zwecke (Aufnahme von Erstarrungstemperaturen usw.) unbequem und unhandlich ist, so mißt man die Temperatur in der Regel angenähert mit der in Fig. 27 gegebenen Anordnung mittels des Galvanometers.

Bei Einhaltung günstiger Versuchsbedingungen (geringe Eintauchtiefe, kurze Leitungen usw.) ist die Annäherung an den wahren Wert genügend groß.

Für tiefe Temperaturen (— 200° C bis etwa + 600° C) verwendet man Thermoelemente mit großer elektromotorischer Kraft. Der eine Draht besteht aus Kupfer (oder Eisen), der andere aus Konstantan (eine Legierung von 50% Kupfer und 50% Nickel). Zu Messungen zwischen etwa + 200° und + 1600° C dient das Le Chateliersche Thermoelement. Der eine Draht besteht aus reinem Platin, der andere aus einer Legierung von 90% Platin mit 10% Rhodium.

Bis etwa 2000° C reicht ein Thermoelement von Heraeus in Hanau; es besteht aus einem Iridiumdraht und einem Iridium-Rutheniumdraht (90% Iridium mit 10% Ruthenium).

Für die meisten metallographischen Arbeiten reicht das Le Chateliersche Thermoelement aus.

Es kann von Heraeus in Hanau mit Eichschein der Physikalisch-technischen Reichsanstalt fertig zum Gebrauch bezogen werden.

[1]) Sehr gut geeignet für diese Messungen ist die Kompensationsschaltung nach Lindeck (Siemens & Halske, Berlin, liefern die vollständige Einrichtung).

Wie schon bemerkt, gelten die Angaben des Galvanometers nur für ein Element, dessen Kaltlötstellen auf 0° erhalten werden.

Um diese Bedingung zu erfüllen, führt man die Kaltlötstellen $t\,t$ durch U-förmig gebogene Glasröhren, die sich in einem Kühlgefäß mit fein zerkleinertem Eis und Wasser befinden (s. Fig. 28).

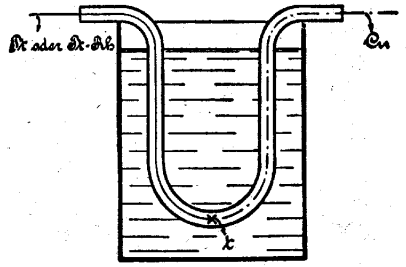


Fig. 28.

Kühlt man die Kaltlötstellen nicht auf 0°, so ist zu der am Galvanometer unmittelbar abgelesenen Temperatur noch eine Korrektur zuzuzählen, die der der Temperaturdifferenz 0° und t° entsprechenden Spannung entspricht.

Für das Le Chateliersche Element Platin-Platinrhodium ist die Korrektur in Tabelle I enthalten [1]).

Man addiert zu der direkt am Galvanometer abgelesenen Temperatur die mit ϱ multiplizierte Temperatur t der Kaltlötstelle.

[1]) Vogel, Z. f. anorg. Chemie 1905, 45, 13.

Tabelle I.

Korrektur für Platin-Platinrhodiumelemente.

Am Galvanometer abgelesene Temperatur	ϱ
0	1
100	0,89
200	0,76
300	0,65
400	0,59
500	0,56
600	0,54
700	0,52
800	0,51
900	0,50
1000	0,49

Für das Element Kupfer-Konstantan ist die Korrektur einfacher. Man hat hier nur die Temperatur t der Kaltlötstelle zu der am Galvanometer abgelesenen zuzuaddieren.

Die Thermoelemente sind bei sachgemäßer Behandlung selbst innerhalb langer Zeiträume sehr wenig veränderlich. Indessen ist es bei metallographischen Arbeiten nicht immer möglich, sie vor schädlichen Einflüssen (Metalldämpfen, Gasen usw.) zu bewahren. Deswegen sind sie von Zeit zu Zeit daraufhin zu prüfen, ob ihre Angaben noch zuverlässig sind.

Die Nachprüfung geschieht am einfachsten in der Weise, daß man die Angaben des Elementes mit den bekannten Erstarrungspunkten gewisser Metalle oder Metallegierungen vergleicht.

Als solche Vergleichstemperaturen können die Erstarrungstemperaturen folgender Metalle benutzt werden:

Tabelle II.

	Erstarrungspunkt:
Blei	327 ° [1]
Zink	419 ° [1]
Antimon	631 ° [1]
Silber	961,5° [1]
Kupfer unter Luftzutritt geschmolzen	1065 ° [1] [2]
Nickel	1451 ° [3]

Schmelztemperatur und Erstarrungstemperatur.

Beim Übergang eines kristallisierten Körpers in den flüssigen Zustand wird ein bestimmter Betrag an Wärme (Schmelzwärme) verbraucht. Umgekehrt wird derselbe Betrag beim Übergang der Schmelze in den festen kristallisierten Zustand wieder frei (Kristallisationswärme).

Im allgemeinen sind diese Temperaturen die gleichen, gleichgültig, ob der Übergang aus dem festen in den flüssigen Zustand (Schmelztemperatur) oder aus dem flüssigen in den festen Zustand (Erstarrungstemperatur) vor sich geht.

Dieses Aufnehmen von Wärme beim Schmelzen und Freiwerden von Wärme beim Erstarren (Kristallisieren) gibt uns die Möglichkeit an die Hand, mit großer Genauigkeit die Schmelz- oder Erstarrungstemperatur eines kristallisierenden Stoffes festzustellen.

[1] Holborn und Day, Drudes Ann. 2 (1900).
[2] Vgl. auch E. Heyn, „Kupfer und Sauerstoff". Z. f. anorg. Chemie, 1904, Bd. 39.
[3] Ruer, Z. f. anorg. Chemie, 1906, 51, 225.

Da es in den meisten Fällen bequemer ist, die Erstarrungstemperatur zu bestimmen, so werden wir uns auch hier nur mit dieser beschäftigen.

Wir wollen zunächst kurz den Verlauf der Abkühlung eines Körpers von einer beliebigen Temperatur t besprechen, unter der Voraussetzung, daß der Körper im Verlauf dieser Abkühlung keine Umwandlung durchmacht. Z. B. ein Körper aus Platin, der bis zu einer Temperatur erhitzt wurde, die noch unterhalb des Schmelzpunktes von Platin liegt (beispielsweise bis 1000° C). Der Körper braucht am Anfang, wenn seine Temperatur am höchsten ist, nur kurze Zeit z, um sich um einen bestimmten stets gleichen Betrag (z. B. um je 10° C) abzukühlen.

Mit fallender Temperatur wächst die hierzu benötigte Zeit immer mehr.

Tragen wir die Zeit z in Sekunden als Abszissen und die Temperatur t als Ordinaten in ein Koordinatensystem ein, so erhalten wir eine Kurve nach Art der Fig. 29, die als logarithmische Kurve bezeichnet wird.

Anders verläuft die Abkühlung eines Stoffes, der vorher über seinen Schmelzpunkt erhitzt wurde, der sich also bei Beginn der Abkühlung im flüssigen Zustand befindet [1]).

Zuerst wird auch hier der Verlauf der Abkühlung ein ähnlicher sein, wie in Fig. 29 dargestellt (A B in Fig. 30).

Sowie aber bei einer bestimmten Temperatur t' das Auskristallisieren (die Erstarrung) beginnt, bleibt die

[1]) Der Einfachheit wegen sei vorausgesetzt, daß es sich auch hier um einen einheitlichen Körper, z. B. ein Metall, und nicht um eine Legierung handelt. Auf die Abkühlungserscheinungen bei Legierungen wird im zweiten Band zurückgekommen.

ganze Masse (Schmelze und Kristalle) infolge der bei der Erstarrung frei werdenden Kristallisationswärme eine gewisse Zeit BC (Fig. 30) auf der Temperatur t' (der Erstarrungstemperatur) stehen, bis alles fest geworden ist, erst dann schreitet die Abkühlung weiter (CD in Fig. 30).

BC wird demnach bei der Temperatur t' einen verhältnismäßig großen Wert annehmen, der abhängig ist von der Kristallisationswärme und von der zum

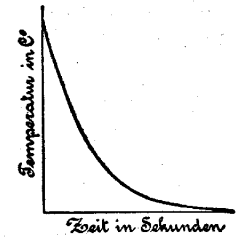


Fig. 29.

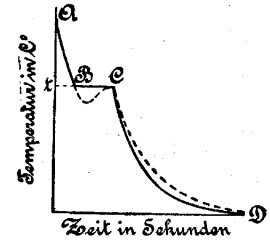


Fig. 30.

Versuch verwendeten Gewichtsmenge des betreffenden Stoffes.

In der graphischen Darstellung der Abkühlungskurve erhalten wir bei der Temperatur t' (der Erstarrungstemperatur) einen mehr oder weniger ausgeprägten Knickpunkt der Kurve (s. Fig. 30). Während der Zeitdauer BC erfolgt die Erstarrung [1]).

Man kann auch den Verlauf der Abkühlung in der Weise graphisch veranschaulichen, daß man als Abszissen die Temperatur aufträgt und als Ordinaten die Zeit in Sekunden, die die Schmelze benötigte, um sich

[1]) Über die Bedeutung der strichpunktierten Linie siehe Band II.

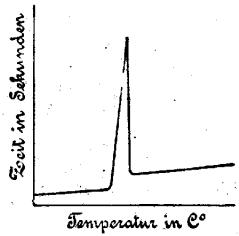


Fig. 31.

um ein bestimmtes Temperaturintervall (etwa 10° C) abzukühlen.

Die Abkühlungskurve erhält dann die in Fig. 31 wiedergegebene Gestalt. Sie zeigt bei der Erstarrungstemperatur eine Spitze.

Verfahren zur Bestimmung der Erstarrungstemperatur.

Bei Metallen und Legierungen mit niedriger Erstarrungstemperatur (Zimmerwärme bis etwa 400° C) ist die Versuchsanordnung verhältnismäßig einfach.

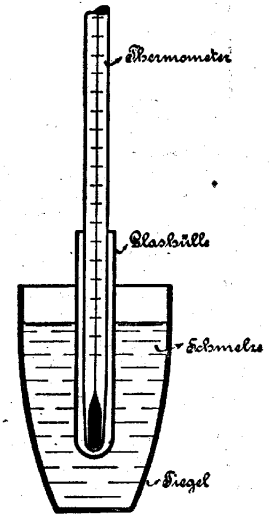


Fig. 32.

Als Wärmemesser können hier Quecksilberthermometer aus Jenaer Glas [1]) verwandt werden. Das Thermometer ragt entweder unmittelbar in die Schmelze hinein, oder es wird mit einer schützenden Glashülle (s. Fig. 32) aus schwer schmelzbarem Glas umgeben. Diese schützende Hülle ist namentlich bei solchen Metallen und Legierungen notwendig, die sich beim Festwerden ausdehnen, da sonst das Thermometer zerdrückt wird.

Die Hülle bleibt, wenn alles fest geworden ist, in der

[1]) Über Quecksilberthermometer vgl. S. 48.

Schmelze stecken und zerbricht, während das Thermometer frei herausgenommen werden kann.

Der Tiegel mit dem zu schmelzenden Metall wird entweder direkt durch einen Bunsenbrenner oder in einem für metallographische Zwecke geeigneten Ofen[1]) erhitzt, bis das in ihm befindliche Metall vollkommen dünnflüssig geworden ist.

Wenn die Schmelztemperatur um etwa 30 bis 50° überschritten ist, wird die Wärmezufuhr abgestellt und das Metall im Tiegel der langsamen Abkühlung überlassen.

Der Beobachter verfolgt während der Abkühlung mit der Uhr in der Hand das Sinken des Quecksilberfadens[2]) und notiert die Zeit z (in Sekunden), die die Schmelze braucht, um sich von Grad zu Grad abzukühlen. Die graphische Darstellung des Verlaufs der Abkühlung ist bereits S. 57 erläutert.

Das Ablesen der Temperatur unter gleichzeitigem Notieren der Zeit erfordert einige Übung. Man kann sich die Arbeit wesentlich erleichtern durch Verwendung eines Chronographen.

Näheres über diesen Apparat findet der Leser auf S. 64.

Zur Bestimmung der Erstarrungstemperatur hochschmelzender Metalle und Legierungen müssen Thermoelemente verwandt werden. Die Erhitzung des Tiegels mit der Schmelze wird hier zweckmäßig stets in einem Ofen, nicht etwa in der freien Gebläseflamme vorgenommen.

Die Lötstelle T des Thermoelementes taucht, um

[1]) Über solche Öfen vgl. S. 72.

[2]) Für genaue Messungen wird mit Hilfe eines Fernrohres abgelesen.

die jeweilige Temperatur der Schmelze richtig anzugeben, in letztere ein.

Um unmittelbare Berührung der Platin-Platinrhodiumdrähte mit der Schmelze zu verhindern, befinden

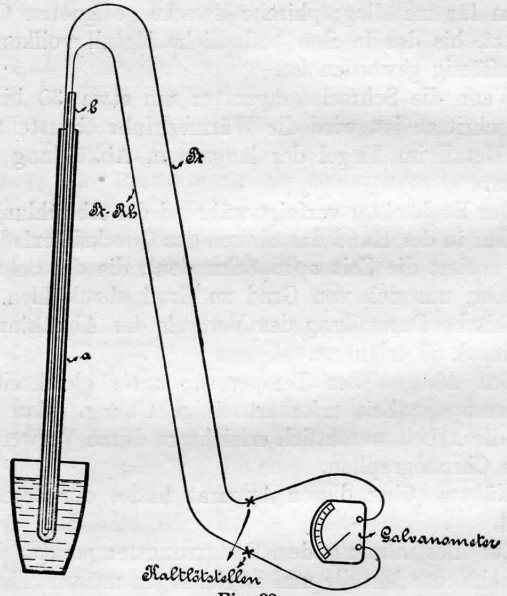


Fig. 33.

sich die Drähte in einem Porzellanschutzrohr *a* (s. Fig. 33). Der eine Draht *Pt* wird durch ein übergeschobenes Porzellanröhrchen *b* von dem anderen Draht *Pt Rh* isoliert[1]).

[1]) Passende Isolierröhrchen *b* von 3,5 mm äußerem Durchmesser und 2,5 mm lichter Weite, und Schutzröhren *a* in verschiedenen Abmessungen (4,5 mm lichte Weite bei 0,5 mm Wandstärke, oder 4,5 mm lichte Weite bei 1,5 mm Wandstärke) werden von der Königlichen Porzellanmanufaktur Berlin für solche Zwecke besonders hergestellt.

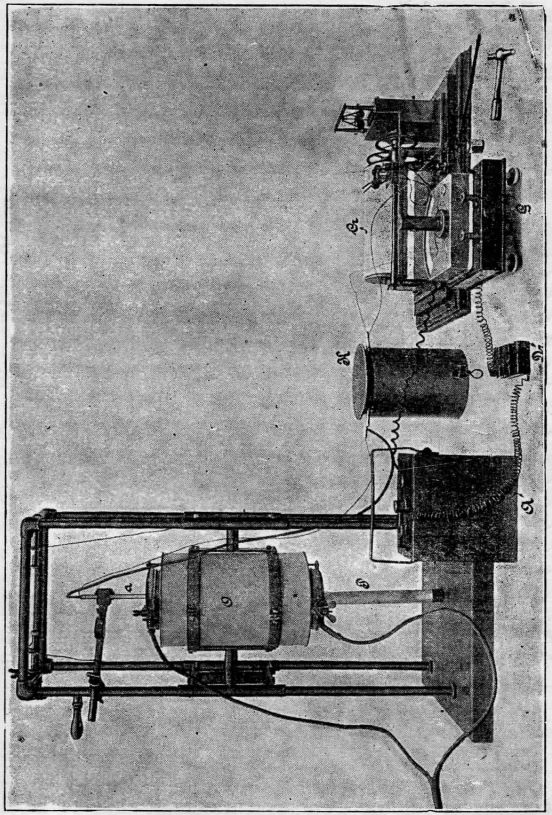


Fig. 34.

Die Bestimmung geschieht im übrigen genau so, wie beim Versuch mit dem Quecksilberthermometer beschrieben; nur daß hier der Beobachter die in der Schmelze herrschende jeweilige Temperatur nicht an einem ge-

wöhnlichen Glasthermometer, sondern am Galvanometer abzulesen hat. Um starke Oxydation zu verhindern, ist es in vielen Fällen zweckmäßig, die Schmelze mit einer Schicht von Holzkohlenpulver zu überdecken.

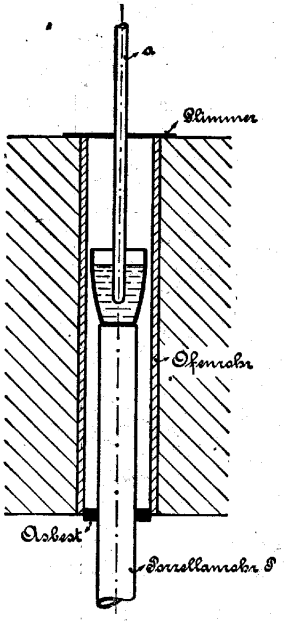


Fig. 35.

Ist Umrühren erforderlich, so kann mit dem Schutzrohr *a*, in dem sich das Thermoelement befindet, gerührt werden.

Eine für viele Zwecke gut geeignete Anordnung ist in Fig. 34 dargestellt. Der Tiegel mit der Schmelze steht auf einem Porzellanrohr *P* in der Mitte des Ofens *O*[1]). (Vgl. auch die schematische Darstellung in Fig. 35.) Die untere Öffnung des Ofenrohres ist mit Asbest verstopft. Auf der oberen liegt ein Glimmerplättchen, das mit einem Loch versehen ist, durch das das Schutzrohr *a* des Thermoelementes durchgeht.

K ist das Kühlgefäß für die Kaltlötstelle, *G* das Galvanometer für die Temperaturanzeige und *Cr* ist der im folgenden Abschnitt ausführlich beschriebene Chronograph mit zugehörigem Drücker *Dr* und Akkumulator *A*.

[1]) Als Ofen dient im vorliegenden Fall ein Platinwiderstandsofen von Heraeus in Hanau.

Selbstregistrierendes Galvanometer und Chronograph.

Der Zweck dieser Apparate ist der, bei metallographischen Arbeiten, bei denen es sich um gleichzeitiges Notieren von Zeit und Temperatur handelt[1]), dem Beobachter diese immerhin mühevolle Arbeit entweder

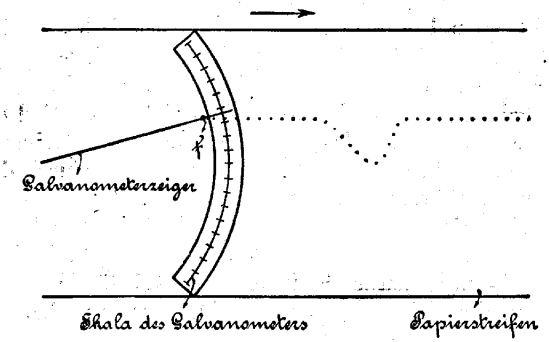


Fig. 36.

ganz abzunehmen oder doch wenigstens wesentlich zu erleichtern.

Das Prinzip des selbstregistrierenden Galvanometers ist folgendes (s. Fig. 36).

Unter der Temperaturskala eines Galvanometers wird ein Papierstreifen durch ein Uhrwerk mit bekannter Geschwindigkeit in der Pfeilrichtung fortbewegt. Der mit einem Zeichenstift *f* versehene Galvanometerzeiger wird in gleichen Zeitabständen (etwa alle 15 Sekunden) durch eine mechanisch betätigte Vorrichtung niedergedrückt, wobei der Zeichenstift jedesmal einen Punkt

[1]) Z. B. bei Aufnahme von Erstarrungskurven, Haltepunktsbestimmungen usw.

auf dem Papierstreifen hinterläßt. Die auf solche Weise auf dem Papierstreifen aufgezeichnete strichpunktierte Linie weist bei Temperaturänderungen Knickpunkte auf, wie in Fig. 36 angedeutet.

Sehr gute Dienste leisten diese Apparate[1]) in allen den Fällen, in denen es darauf ankommt, auch bei Abwesenheit des Beobachters stets eine Kontrolle über die im Ofen herrschende Temperatur zu haben. Vielfach werden sie auch zur Aufnahme von Erstarrungstemperaturen und Haltepunktskurven verwandt.

Nach Ansicht der Verfasser ist in letzterem Fall die direkte Beobachtung des Temperaturabfalls am Galvanometer unter gleichzeitiger Notierung der Zeit durch den Versuchausführenden meist vorzuziehen, da der selbstregistrierende Apparat nur mechanisch innerhalb bestimmter Zeitabstände die Temperaturen registriert, ohne die zwischen den einzelnen Zeitabständen etwa auftretenden Temperaturschwankungen zu berücksichtigen[2]).

Sehr erleichtert kann die Arbeit der Notierung der Zeit unter gleichzeitiger Ablesung der Temperatur am Galvanometer dadurch werden, daß man sich zum Notieren der Zeit eines Chronographen bedient.

Fig. 37 stellt den im Königlichen Materialprüfungsamt schon seit Jahren im Gebrauch befindlichen Chronographen dar[3]).

Das Arbeiten mit dem Chronographen geschieht wie folgt:

[1]) Sie werden in guter Ausführung von Siemens & Halske gebaut.

[2]) Die Firma Otto Töpfer & Sohn in Potsdam baut neuerdings ein photographisch registrierendes Pyrometer nach Kurnakow. Vgl. auch Z. f. anorg. Chemie 1904, Bd. 42, S. 184.

[3]) Er ist von der Pariser Firma „Richard Frères" gebaut. Die Firma Otto Töpfer & Sohn (Potsdam) baut jetzt ebenfalls die Apparate.

Die mit einem Papierstreifen bespannte Trommel *Cr* wird durch das Uhrwerk *U* in gleichmäßige Drehung versetzt (sie macht z. B. in einer Minute genau eine Umdrehung).

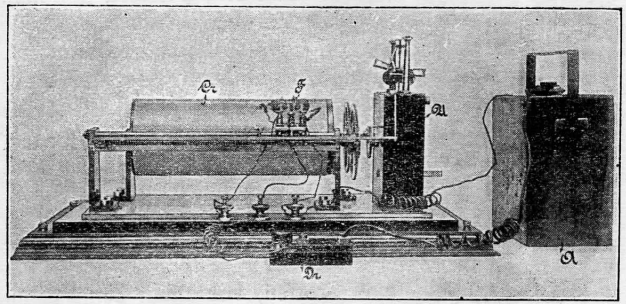


Fig. 37.

Durch Zahnradübersetzung wird von der Trommel *Cr* aus eine mit dieser parallele Schraubenspindel in Umdrehung versetzt. Diese bewegt eine Mutter parallel zur Trommelachse; an der Mutter sitzt ein Schlitten mit

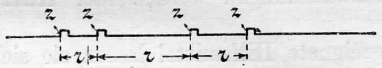


Fig. 38.

der Schreibfeder *F*, die auf dem Papier der Trommel eine Spirale beschreibt.

Wird jetzt ein vom Akkumulator *A* stammender Strom durch den Drücker *Dr* geschlossen, so zieht der Elektromagnet für die Dauer des Stromschlusses die Feder *F* seitlich an, und auf der Spirale entsteht ein Zeichen *Z*, etwa wie in Fig. 38 angedeutet.

Bei der Bestimmung der Erstarrungstemperatur braucht der Ausführende demnach nur das Fallen des Galvanometerzeigers am Galvanometer zu beobachten und jedesmal, wenn der Galvanometerzeiger einen Teilstrich der Skala (z. B. von 10 zu 10°) passiert, mit dem Drücker *Dr* auf der Spirale ein Zeichen zu machen.

Da die Umdrehungszahl der Trommel bekannt ist, so läßt sich aus den mit dem Millimetermaßstab meßbaren Abständen *r* zwischen den einzelnen Zeichen die Zeit in Sekunden ausrechnen, die der Galvanometerzeiger brauchte, um von einem Teilstrich der Skala bis zum nächsten zu gelangen.

Haltepunktsbestimmung.

Bei einer Reihe von Stoffen, vor allem beim Eisen und bei seinen Legierungen, gehen bei bestimmten Temperaturen oder Temperaturintervallen auch noch im bereits erstarrten Zustand Umwandlungen (Umkristallisationen) vor sich, die ebenfalls mit einer Änderung des Energieinhaltes verbunden sind. Entweder wird Wärme frei oder gebunden.

Diese Umwandlungen werden hier Haltepunkte genannt [1]).

Durch geeignete Hilfsmittel lassen sie sich vielfach pyrometrisch verfolgen.

Ein sehr einfaches Verfahren, das im wesentlichen mit dem bei der Bestimmung der Erstarrungstemperatur gebräuchlichen übereinstimmt, ist in Fig. 39 schematisch dargestellt.

P ist die Probe, deren Haltepunkte bestimmt werden sollen.

[1]) Näheres über Haltepunkte siehe auch Band II.

Pt, *PtRh* sind die Drähte eines Le Chatelierschen Thermoelementes, dessen Warmlötstelle *T* sich in der Mitte der Probe *P* befindet.

t t sind die Kaltlötstellen zwischen den Drähten des Thermoelementes und den Kupferdrähten *Cu*, die nach dem Galvanometer *G* führen.

P wird bis zu einer Temperatur erhitzt, die noch unterhalb des Schmelzpunktes von *P* liegt. Während der Abkühlung beobachtet man am Galvanometer die Temperatur unter gleichzeitiger Registrierung der Zeit, welche zum Durchlaufen eines bestimmten Temperatur-

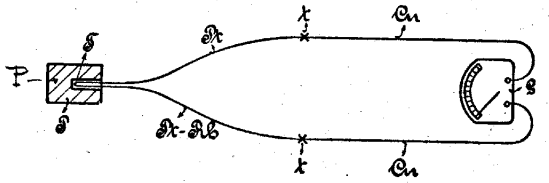


Fig. 39.

abfalles (z. B. je 10° C) erforderlich ist, und trägt darauf Temperatur und Zeit in ein Koordinatensystem ein (ganz wie auf S. 57 bei Bestimmung der Erstarrungstemperatur ausführlich beschrieben).

Findet die Erkaltung ohne Änderung des Energieinhaltes statt, so erhält man eine Abkühlungskurve von der in Fig. 29 dargestellten Gestalt.

Tritt dagegen bei einer bestimmten Temperatur *t'* eine Wärmeentwicklung (Haltepunkt) in der erkaltenden Masse ein, so wird der Temperaturabfall hierdurch verzögert; erst wenn die Umwandlung beendet ist, fällt die Temperatur wieder schneller. Die Abkühlungskurve wird alsdann bei der Temperatur *t'* einen mehr oder weniger

deutlichen Knick aufweisen, ähnlich wie in den Fig. 30, 31 dargestellt.

Vielfach sind aber die bei den Umwandlungen im festen Zustand frei werdenden Wärmemengen so klein, daß sie bei Anwendung dieses einfachen Verfahrens nicht deutlich erkennbar werden.

In solchen Fällen leistet das im folgenden beschriebene Verfahren sehr gute Dienste.

Der Unterschied besteht darin, daß jetzt zwei nach dem Schema in Fig. 40 geschaltete Thermoelemente vorhanden sind. Das eine ist ein gewöhnliches Le Chateliersches (*Pt—PtRh*) Thermoelement. Die Warmlötstelle *T* liegt in dem Eisenkörper *I*, dessen Haltepunkte bestimmt werden sollen. *G'* ist ein zur Temperaturanzeige dienendes Galvanometer [1]).

Das zweite Thermoelement besteht aus zwei Platindrähten *Pt*, *Pt* und einem kurzen Verbindungsstück von Platinrhodiumdraht *PtRh*. Die eine Lötstelle *A* liegt im Eisenkörper *I*, dessen Abkühlungskurve festzustellen ist. Die zweite Lötstelle *A'* liegt dagegen in einem Zylinder *II* aus Platin oder feuerfestem Ton, von gleichen Abmessungen wie *I*.

G' ist ein hochempfindliches Galvanometer. Solange die beiden Lötstellen *A*, *A'* die gleiche Temperatur haben, halten sich die beiden an den Lötstellen auftretenden elektromotorischen Kräfte das Gleichgewicht, und das Galvanometer *G* zeigt keinen Strom an.

Wird aber im Probekörper *I* infolge einer vor sich gehenden Umwandlung Wärme frei oder gebunden, wird demnach der Temperaturunterschied zwischen den beiden Lötstellen plötzlich vergrößert, so erfolgt ein plötzlicher Ausschlag des Zeigers am Galvanometer *G*,

[1]) Vgl. S. 50.

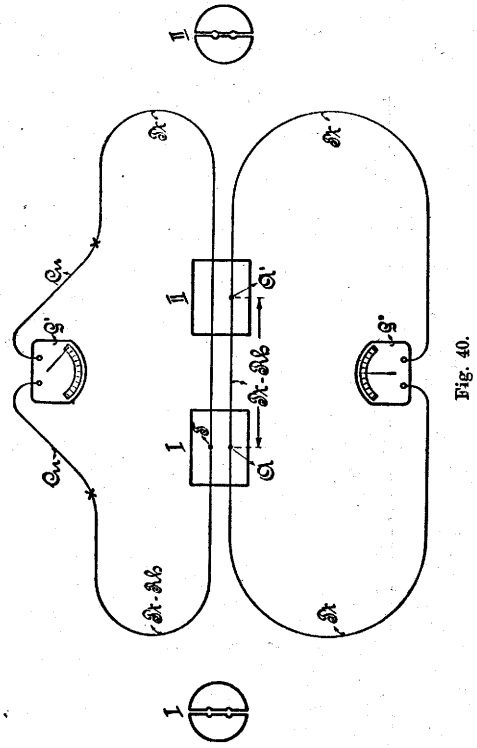


Fig. 40.

der der Differenz der elektromotorischen Kräfte entspricht [1]).

[1]) Die ersten auf diesem Prinzip beruhenden Haltepunktbestimmungsmethoden sind von Roberts-Austen angegeben. Alle anderen, auch die hier beschriebene, stellen lediglich Abänderungen und Vereinfachungen der Roberts-Austenschen Methode dar.

Auf absolute Wertangabe kommt es nicht an. Wichtig ist nur die relativ richtige Angabe und die Vermeidung von Verzögerungen im Ausschlag des Zeigers.

Die Temperatur des Versuchskörpers *I*, bei der ein Ausschlag erfolgt, wird durch das Galvanometer *G'* angezeigt.

Das im Königlichen Materialprüfungsamt verwendete Zeigergalvanometer *G* nach Deprez d'Arsonval[1]) ist mit

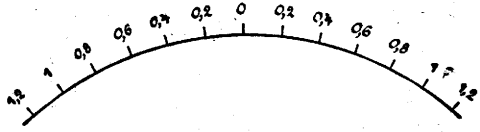


Fig. 41.

einer Skala versehen, die den Nullpunkt in der Mitte hat. Es besitzt nach beiden Seiten ein Ausschlagbereich von 1,2 Millivolt.

Jeder der in Fig. 41 angegebenen Teile ist noch in 10 Grade geteilt, so daß jeder Grad einem Spannungsunterschied von 0,02 Millivolt entspricht.

Versuchsausführung bei Haltepunktsbestimmungen.

Als gut geeignet für Haltepunktsbestimmungen hat sich ein elektrisch geheizter Nickelspiralofen erwiesen.

Ein Rohr (20 mm lichte Weite und 800 mm Länge) aus unglasierter feuerfester Masse ist mit 1 mm dickem Nickeldraht spiralförmig umwunden. Durch die Nickelspirale wird ein elektrischer Strom geschickt (Gleichstrom 220 Volt Spannung). Die Nickelspirale erwärmt sich und überträgt ihre Hitze auf das Ofenrohr.

[1]) Von Siemens & Halske geliefert.

Ein äußeres Schutzrohr (50 mm lichte Weite) verhindert die zu schnelle Wärmeausstrahlung.

Nachdem die Probekörper *I* und *II*[1]) mit den in ihnen befindlichen Lötstellen der Thermoelemente (s. Fig. 40) in das Ofenrohr eingebracht sind, werden die beiden Rohröffnungen, um Zugluft zu vermeiden, durch Asbest verstopft und der Ofen angeheizt. Ist die verlangte Temperatur erreicht, so wird der elektrische Strom ausgeschaltet und die Abkühlung beginnt.

Beobachter 1 liest an dem Galvanometer *G'* (s. Fig. 40) die Temperatur der Probe ab und nennt laut die Temperaturgrade. Beobachter 2 sitzt an dem Galvanometer *G* und notiert zu den von Beobachter 1 genannten Temperaturen den jeweiligen Stand des Zeigers am Galvanometer *G'*.

Trägt man die Temperaturen (abgelesen am Galvanometer *G'*) als Abszissen und die zugehörigen Ausschläge des Zeigers am Galvanometer *G* in Millivolt als Ordinaten auf, so erhält man z. B. für ein kohlenstoffarmes Eisen die in Fig. 42 wiedergegebene Schaulinie[2]).

Die in der Schaulinie mit Ar_2 Ar_3 bezeichneten Erhebungen der Kurve stellen Haltepunkte dar. Die Wärmeentwicklung setzt sich über ein größeres Wärmegradbereich fort, weil die Vorgänge gewisse Zeit bis zur Vollendung benötigen.

Genau in derselben Weise können natürlich auch Erhitzungskurven aufgenommen werden. Bei Eisen pflegen

[1]) Abmessungen der Versuchskörper sind: 20 mm Länge und 18 mm Durchmesser. Um die Lötstellen bequemer einzubringen, sind die Körper in der Mitte durchgeschnitten. Die beiden Hälften werden durch umgewickelten dünnen Platindraht zusammengehalten.

[2]) Aus E. Heyn, I. Bericht über die mikroskopische Untersuchung der vom Sonderausschuß für Eisenlegierungen des Vereins zur Beförderung des Gewerbefleißes hergestellten Legierungen. Verhandlungen des Vereins zur Beförderung des Gewerbefleißes 1904.

die bei der Erhitzung beobachteten Haltepunkte meistens etwas höher zu liegen, als die bei der Abkühlung.

Dieser Unterschied ist zuweilen durch die Schnelligkeit der Erhitzung bedingt.

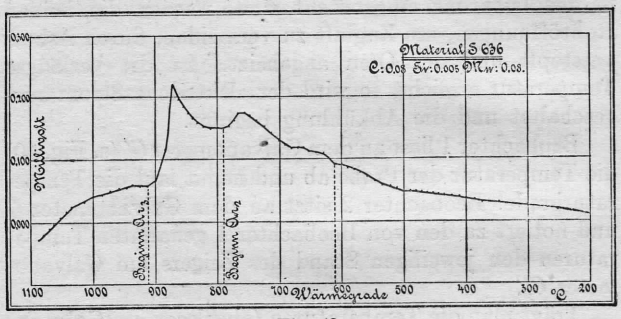


Fig. 42.

Wird sehr langsam erhitzt und ebenso langsam abgekühlt, so fallen die Punkte zusammen.

Öfen für metallographische Zwecke.

Im nachstehenden sollen noch einige für metallographische Zwecke gutg eeignete Öfen aufgeführt werden.

Nickelspiralofen

für Haltepunktsbestimmungen s. S. 70.

Gasschmelzofen

mit verlängerter Luftvorwärmung Nr. 3 von der Deutschen Gold- und Silberscheideanstalt Frankfurt a. M. [1])

[1]) Preis des Ofens 75 M. Vollständige Einrichtung mit Ersatzteilen usw. rund 120 bis 130 M.

(s. Fig. 43). Erreichbare Höchsttemperatur etwa 1250° C. Fassungsraum der Tiegel etwa 130—140 ccm. Gas-

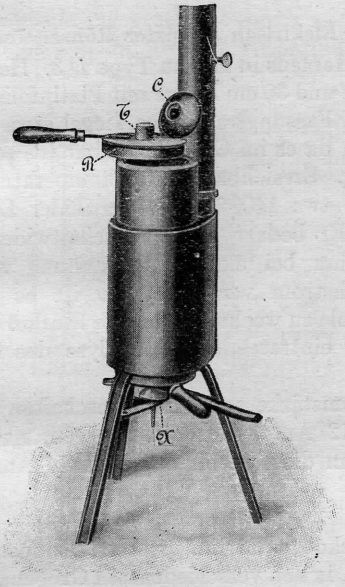


Fig. 43.

verbrauch ¾ bis 1 cbm pro Stunde. Anschlußrohr für den Brenner ¾ Zoll.

Der Ofen ist durch ein möglichst kurzes Rohr an einen gut ziehenden Schornstein, wenn möglich im untersten Stockwerk, anzuschließen.

Gastiegelofen.

Einen Gastiegelofen für metallographische Zwecke beschreibt K. Friedrich in der Metallurgie 1906, S. 206.

Gasverbrauch stündlich etwa 12 cbm. Erreichte Höchsttemperatur 1555° C.

Elektrisch geheizter Röhrenofen

von W. C. Heraeus in Hanau Type *D* 3. Heizrohr 50 mm lichte Weite und 30 cm Länge mit Platinfoliebewicklung[1]) (s. Fig. 34), Fassungsraum der Tiegel etwa 50 ccm. Der Ofen findet, da er im Gestell drehbar ist, sehr vielseitige Anwendung. Erreichbare Höchsttemperatur in horizontaler Lage etwa 1400° C, in vertikaler Lage 1300 bis 1350° C. Er bedarf eines Vorschaltwiderstandes von etwa 16 Ohm bei einer Netzspannung von 220 Volt. Wird Gleichstrom verwendet, so ist es zweckmäßig, öfters die Pole zu wechseln, um den Einfluß der bei hoher Temperatur eintretenden Elektrolyse des Porzellans zu vermeiden.

Die Stromstärke soll beim Einschalten bei 220 Volt Spannung 12 Amp. nicht übersteigen, nach erreichter Rotglut kann dieselbe bis auf etwa 14 Amp. gesteigert werden.

Gasgebläseöfen

von Otto Schober, Berlin, für hohe Temperaturen (1550 bis 1600° C), in den verschiedensten Größenabmessungen. Gebläse unbedingt erforderlich.

Kohlenrohrofen [2])

bis zu den höchsten Temperaturen.

Der Ofen besteht aus einem Rohr *A* (s. Fig. 44), aus Retortenkohle[3]) von 13 cm Länge, 3 cm äußerem und 2 cm innerem Durchmesser.

[1]) Preis mit Gestell etwa 210 bis 230 M.
[2]) Vgl. R. Ruer. Metallographie in elementarer Darstellung 1907, S. 280. Hamburg und Leipzig, Leopold Voß.
[3]) Von der Firma Conrady, Nürnberg.

Zur Heizung wird Wechselstrom niedriger Spannung benötigt.

Die Stromzuführung geschieht durch zwei halbkreisförmige Kohlebacken *B*, die mit Kupferbügeln *C* versehen sind.

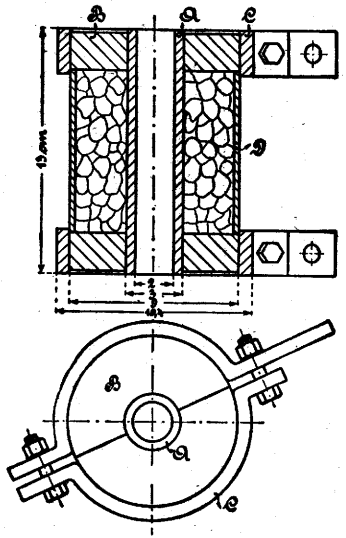


Fig. 44.

Als Wärmeschutz dient ein Tonrohr *D*. Der Zwischenraum zwischen *D* und *A* ist mit Holzkohle ausgefüllt [1]) [2]).

[1]) Den Ofen liefert zum Preis von 11 M. Institutsmechaniker Ernst Beulke in Göttingen.
[2]) Die Einrichtungen zur Umformung von Gleichstrom in Wechselstrom niedriger Spannung, passend für den Ofen, liefern Gebrüder Ruhstrat in Göttingen.

Elektrischer Widerstandsofen

mit Kohlegrieß als Widerstandsmaterial[1]). Der Ofen wird von der Chemisch-technischen Versuchsanstalt bei der Königlichen Porzellanmanufaktur, Charlottenburg, geliefert. Die Konstruktion des Ofens ist aus Fig. 45 ersichtlich. Durchmesser des Heizrohres 13,5 cm. Der Ofen wird mit Gleichstrom betrieben.

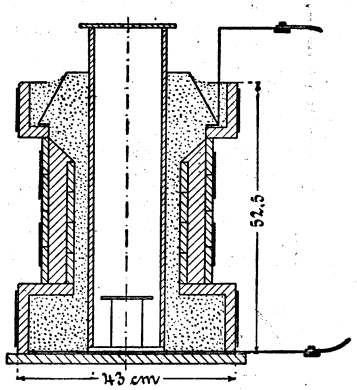


Fig. 45.

Bei 100 bis 200 Volt läßt sich ein Ofen mit den in Fig. 45 angegebenen Abmessungen mit 12 KW in etwa 3 bis 4 Stunden auf 1600° C bringen.

Kleinere Öfen von 6,5 cm Durchmesser des Heizrohres erreichen mit 8 bis 9 KW in etwa 1 Stunde 1600 bis 1700° C[2]).

[1]) Vgl. Stahl und Eisen 1907, Heft 21, S. 739: „Zur Bestimmung der Schmelzpunkte von Hochofenschlacken" von Dr. Simonis.

[2]) Nach demselben Prinzip sind auch die elektrischen Widerstandsöfen nach dem Kryptolsystem gebaut. Vgl. Verhandlungen des Vereins zur Beförderung des Gewerbefleißes 1904, V. Heft (Mai). Prometheus 1904, Nr. 763.

Tiegel.

Die Wahl der Tiegel richtet sich nach dem Verwendungszweck. Für kleinere Schmelzen zur Verwendung im Heraeusofen eignen sich für sehr viele Zwecke Tiegel aus Biskuit-Porzellan von der Königlichen Porzellanmanufaktur.

Im allgemeinen liefern die Firmen, die die Öfen herstellen, gleichzeitig auf Wunsch verschiedene Tiegelsorten[1]). Neuerdings kommen auch Magnesiatiegel in den Handel, die sich namentlich für hohe Temperaturen gut bewähren.

[1]) Tiegel aller Größen und Arten liefert z. B. die Deutsche Gold- und Silberscheideanstalt Frankfurt a. M.

Elektrischer Widerstandsofen

mit Kohlegrieß als Widerstandsmaterial[1]). Der Ofen wird von der Chemisch-technischen Versuchsanstalt bei der Königlichen Porzellanmanufaktur, Charlottenburg, geliefert. Die Konstruktion des Ofens ist aus Fig. 45 ersichtlich. Durchmesser des Heizrohres 13,5 cm. Der Ofen wird mit Gleichstrom betrieben.

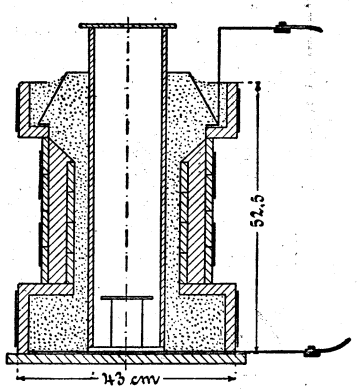


Fig. 45.

Bei 100 bis 200 Volt läßt sich ein Ofen mit den in Fig. 45 angegebenen Abmessungen mit 12 KW in etwa 3 bis 4 Stunden auf 1600° C bringen.

Kleinere Öfen von 6,5 cm Durchmesser des Heizrohres erreichen mit 8 bis 9 KW in etwa 1 Stunde 1600 bis 1700° C[2]).

[1]) Vgl. Stahl und Eisen 1907, Heft 21, S. 739: „Zur Bestimmung der Schmelzpunkte von Hochofenschlacken" von Dr. Simonis.

[2]) Nach demselben Prinzip sind auch die elektrischen Widerstandsöfen nach dem Kryptolsystem gebaut. Vgl. Verhandlungen des Vereins zur Beförderung des Gewerbefleißes 1904, V. Heft (Mai). Prometheus 1904, Nr. 763.

Tiegel.

Die Wahl der Tiegel richtet sich nach dem Verwendungszweck. Für kleinere Schmelzen zur Verwendung im Heraeusofen eignen sich für sehr viele Zwecke Tiegel aus Biskuit-Porzellan von der Königlichen Porzellanmanufaktur.

Im allgemeinen liefern die Firmen, die die Öfen herstellen, gleichzeitig auf Wunsch verschiedene Tiegelsorten[1]). Neuerdings kommen auch Magnesiatiegel in den Handel, die sich namentlich für hohe Temperaturen gut bewähren.

[1]) Tiegel aller Größen und Arten liefert z. B. die Deutsche Gold- und Silberscheideanstalt Frankfurt a. M.

Namenregister.

Arnold 7.

Bauer, O. 7.
Behrends 17.
Börnstein 49.

Cartaud 17.
Charpy 7, 24.

Day 55.
Deprez d'Arsonval 70.

Eder, Dr. J. M. 43.

Friedrich, K. 73.

Greenough 41.

Hannover 14.
Heycock 7.
Heyn, E. 10, 14, 21, 22, 25, 29, 35, 55, 71.
Holborn 55.
Howe 7.

Kurnakow 64.

Landolt 49.
Le Chatelier, H. 7, 13, 37, 52.
Ledebur, A. 7.
Lindeck 52.

Martens. A. 6. 10. 15, 17. 22, 23, 26, 29, 30. 34.

Neville 7.

Osmond, F. 6, 15, 17.

Roberts-Austen 7, 69.
Roozeboom, B. 7.
Ruer 55, 74.

Sauveur 7.
Simonis, Dr. 76.
Sorby 6, 15.
Stead 7, 17.

Wedding 15.

Sachregister.

Abkühlungskurve 57, 58.
Abschwächen der Platten 43.
Achromatische Objektive 31.
Aluminiumoxyd 13.
Anlassen 17.
Anlauffarben 18.
Antimon 55.

Apochromate 39.
Ammoniumnitrat 17.
Ätzdauer 21, 23, 24, 25.
Ätzen mit alkoholischer Salzsäure 22.
Ätzen m. Salpetersäure 23.
— mit ammoniakalischem Kupferammoniumchlorid 25.

Ätzen mit Kupferammoniumchlorid 21.
— mit Jodtinktur 26.
— mit Natriumpikrat 26.
— mit Pikrinsäure 26.
— unter Zuhilfenahme des elektrischen Stromes 23.
— mit Salpetersäure 25.

Ätzflüssigkeit 20.
Ätzpolieren 17.
Ätzverfahren 20.

Beleuchtungsarten 29, 31, 33.
Beleuchtungsvorrichtung 33.
Belichtungszeit 42.
Binokulares Mikroskop 41.
Blei 55.
Bogenlicht 33.

Celloidinpapier 44.
Chromoxyd 13.
Chronograph 64.

Daniellsches Element 25.
Deckglas 39.
Dunkelkammer 45.

Eichung der Thermoelemente 54.
— der Thermometer 50.
Eikonogen-Hydrochinon-Entwickler 43.
Eisen 71.
Entwickler 43.
Entwicklung des Bildes 42.
Entwicklungszeit 44.
Erstarrungstemperatur 55.

Ferneinstellung 36.
Fixierbad 44.

Galvanometer 51.
Gasschmelzofen 72.
Gastiegelofen 73.
Gefügebestandteil 15.
Glasplatte 14.
Glimmerplatte 14.
Glycinentwickler 43.

Haltepunkt 66.
Haltepunktsbestimmung 66.
Härteunterschiede 15.
Huygenssches Okular 31.

Immersionsflüssigkeit 39.
Iridium-Ruthenium-Thermoelement 52.
Irisblende 35.

Kalklicht 33.
Kaltlötstelle 50.
Kamera 37.
Kanadabalsam 39.
Kohlenrohrofen 74.
Kolophonium 37.
Kompensations-Okular 39.
Kompensationsverfahren 52.
Konstantan-Kupfer-Element 52.
Kopierpapier 44.
Korrektur für herausragenden Faden 49.
Kristallisationswärme 55.
Kryptolofen 76.
Kugelmikroskop 30.
Kühlgefäß 53.
Künstliches Licht 33.
Kupfer 55.
Kupfer-Konstantan-Element 52.

Lichtverluste 31.
Lötstelle der Thermoelemente 50.
Lupe 28.

Magnesiastift 34.
Materialprüfungsamt, Kgl. 33, 37.
Mattscheibe 37.
Messing 25.
Mikrometerschraube 36.
Mikroplanar 39.
Mikroskop 30, 34, 41.
Mikroskopische Untersuchung 28.
Mikroskopstativ nach Martens 34.

Nachbehandlung der Schliffe 14.
Negativ 44.
Nernstlampe 33.
Nickelspiralofen 70.

Objektiv 31, 38, 42.
Objektmikrometer 40.
Objekttisch 37.
Öfen 72.
Okular 31, 38, 42.
Ölimmersion 39.
Oxydation 18.

Perxantoplatten 42.
Photographieren 42.
Planparallelglas 31.
Platin-Platinrhodium-Element 52.
Platten 42.
Polieren 13.
Poliermittel 13.
Polierrot 13.
Polierscheibe 13.
Positiv 44.
Prisma 32.
Probenentnahme 8.
Projektionsokular 39.

Quecksilber 19.
Quecksilberlicht 33.
Quecksilberthermometer 48.

Relief 16.
Reliefpolieren 15.
Retuschieren der Platten 43.
Ritzhärte 26.
Ritzhärteprüfer 26.
Röhrenofen von Heraeus, 74.

Schleifbank 11.
Schleifen 10.
Schleiffehler 12.
Schleifscheibe 11.
Schleifverfahren 10.
Schmelztemperatur 55.
Schmelzwärme 55.

Schmirgelpapier 12.
Schmirgelpulver 13.
Schutzrohr 58, 60.
Selbstregistrierendes Galvanometer 63.
Silber 55.
Silbereosinplatten 42.
Stativ 34.
Stereoskopisches Sehen 41.
Sucherokular 39.
Süßholzextrakt 17.

Tageslicht 29.
Temperaturbestimmung 48.
Thermoelement 50.
Tiegel 77.
Tischfedern 56.
Tonen der Abzüge 45.
Tonfixierbad 45.
Tubus 34.
Tuchscheibe 13.

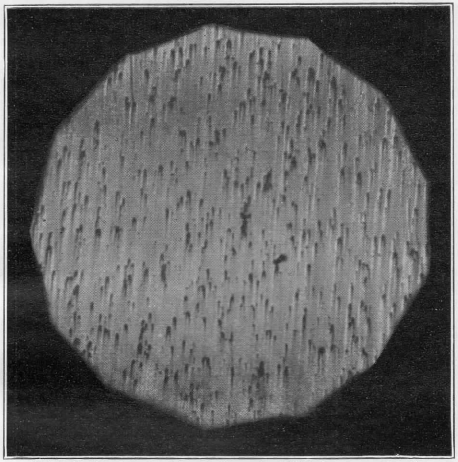
Überexposition 44.
Umwandlungen 66.

Vergrößerung 40.
Verstärken 43.
Vertikalilluminatur 32.
Vorbereitung der Probestücke 8.

Wachs 37.
Wärmeentwicklung 55.
Warmlötstelle 50.
Wässern der Abzüge 45.
— der Platten 44.
Widerstandsofen 76.
Wolzscher Brenner 34.

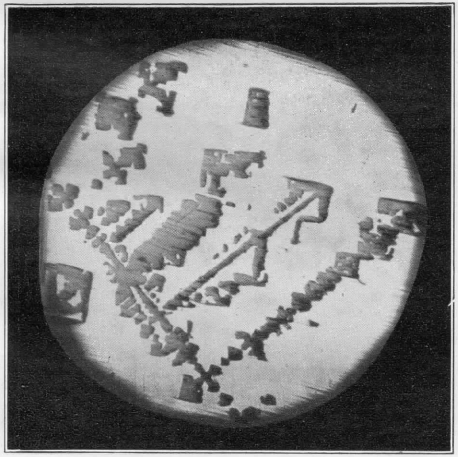
Zedernöl 40.
Zink 55.

3605 $\nu = 108$



Lichtbild 1. Fehlerhafter Schliff (nur poliert).

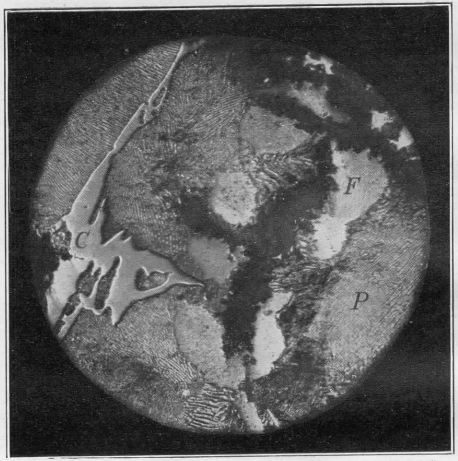
4204 $\nu = 108$



Lichtbild 2. Kupfer-Wismut (nur poliert).

Tafel I.

3632 $\nu = 242$



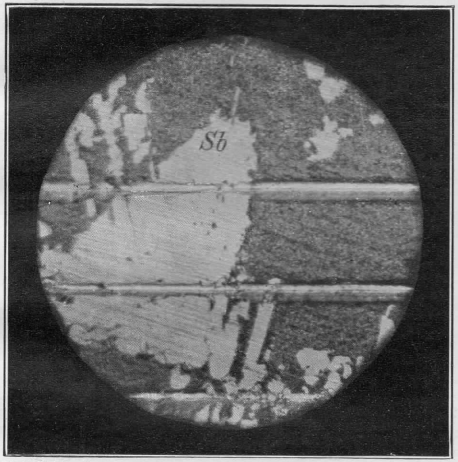
Lichtbild 3. Getempertes Roheisen (reliefpoliert).

3666 $\nu = 242$

Lichtbild 4. Kupfer-Zinn (angelassen).

Tafel II.

4944 $\nu = 242$



Lichtbild 5. Zinn-Antimon-Kupfer-Legierung (geritzt).

Tafel III.